



TITLE:

チタンアルミナイドの層状組織とその変形(Dissertation_全文)

AUTHOR(S):

岸田, 恭輔

CITATION:

岸田, 恭輔. チタンアルミナイドの層状組織とその変形. 京都大学, 1998, 博士(工学)

ISSUE DATE:

1998-03-23

URL:

<https://doi.org/10.11501/3135468>

RIGHT:

チタンアルミナイドの層状組織とその変形

平成10年3月

岸 田 恭 輔

目次

第1章 序論	1
1.1. 研究の背景	1
1.2. TiAl/Ti ₃ Al二相層状組織の微細構造	5
1.3. TiAl/Ti ₃ Al二相層状組織の変形	8
1.4. TiAl相とTi ₃ Al相中で活動可能な変形モード	9
1.5. 本研究の目的	12
参考文献	13
第2章 TiAl PST結晶の変形機構	17
2.1. 緒言	17
2.2. 実験方法	18
2.2.1. PST結晶の作製	18
2.2.2. PST結晶の方位解析	19
2.2.3. 圧縮, 引張試片の作製	21
2.2.4. 圧縮, 引張試験	22
2.2.5. 変形組織の観察	24
2.3. 実験結果	26
2.3.1. TiAlドメインおよびTi ₃ Alラメラの分布	26
2.3.2. 応力-歪曲線と降伏応力の温度依存性	27
2.3.2.1. 圧縮試験における応力-歪曲線と降伏応力の温度依存性	27
2.3.2.2. 引張試験における応力-歪曲線と降伏応力, 引張伸びの温度依存性	30
2.3.3. 圧縮変形組織の光学顕微鏡観察	34
2.3.4. TiAlドメインの変形組織の透過電子顕微鏡観察	37
2.3.4.1. A ₁ 方位の圧縮変形組織	37
2.3.4.2. A ₁ 方位の引張変形組織	44
2.3.4.3. A ₂ 方位の圧縮変形組織	45

2.3.4.4. A ₂ 方位の引張変形組織	47	第3章 TiAl bi-PST結晶の作製とその変形	101
2.3.4.5. B ₁ 方位の圧縮変形組織	49	3.1. 緒言	101
2.3.4.6. B ₂ 方位の圧縮変形組織	53	3.2. 実験方法	102
2.3.4.7. N方位の圧縮変形組織	54	3.2.1. bi-PST結晶の作製	102
2.3.4.8. TiAl相で活動する変形モード	58	3.2.2. bi-PST結晶の方位の組み合わせ	102
2.3.5. Ti ₃ Al相の変形組織の透過電子顕微鏡観察	59	3.3. 実験結果	104
2.3.6. B方位の変形における層状組織境界面の挙動	60	3.3.1. 拡散接合後の接合界面の組織	104
2.3.7. PST結晶のマクロ変形	62	3.3.2. bi-PST結晶の引張変形挙動	107
2.3.7.1. 圧縮変形時のマクロ変形	62	3.3.3. bi-PST結晶の引張変形組織	108
2.3.7.2. 室温での引張変形におけるマクロ変形	64	3.4. 考察	110
2.3.8. 破断後の引張試片の変形組織	65	3.4.1. bi-PST結晶の作製	110
2.4. 考察	71	3.4.2. bi-PST結晶の変形	110
2.4.1. TiAl相で活動する変形モード	71	3.4.2.1. 双結晶の結晶粒界における歪の適合条件	110
2.4.2. 800°C以下の温度域におけるPST結晶の変形機構	72	3.4.2.2. B ₁ -B ₁ , B ₁ *-B ₁ *, B ₁ *-B ₁ bi-PST結晶の変形	112
2.4.2.1. B ₁ 方位のPST結晶の変形	74	3.4.2.3. その他の組み合わせのbi-PST結晶の変形	117
2.4.2.2. B ₂ 方位のPST結晶の変形	76	3.5. 結言	118
2.4.2.3. A ₁ 方位のPST結晶の変形	77	参考文献	119
2.4.2.4. A ₂ 方位のPST結晶の変形	82		
2.4.2.5. N方位のPST結晶の変形	85	第4章 TiAl/Ti ₃ Al二相化合物中のTiAl/TiAl層状組織境界近傍における局所的組成変化	121
2.4.3. 1000°C付近の温度域におけるPST結晶の変形機構	87	4.1. 緒言	121
2.4.4. PST結晶の機械的性質	88	4.2. 実験方法	124
2.4.4.1. PST結晶の降伏応力, 引張伸びの方位依存性	88	4.3. 実験結果	124
2.4.4.2. 降伏応力の温度依存性	90	4.3.1. 2元系PST結晶	126
2.4.4.3. 引張伸びの温度依存性	92	4.3.2. 3元系PST結晶およびSn添加DS材	129
2.4.5. 多結晶体の変形への応用	93	4.4. 考察	131
2.5. 結言	94	4.4.1. 二元系PST結晶の高エネルギー界面での歪緩和	131
参考文献	96	4.4.2. 添加元素の影響	134

4.4.3. 歪の分布と組成変化の関係	135
4.5. 結言	138
参考文献	139
第5章 総括	141
Appendix 1 塑性歪の評価	145
謝辞	153

第 1 章 序論

1.1. 研究の背景

構造材料の分野では常に，より軽く，より強く，さらにより高温で使用できる材料が求められてきたが，技術が高度に発達した現在では今まで以上に高度な性能が要求されるようになってきている．現在における構造材料の主流は鉄やアルミニウムなどをメインとした金属材料である．これら金属材料の特性はさまざまな手法により日々改良されてきているが，かなり極限まで性能が向上した感があり，もはや飛躍的な性質の向上は望めそうもない．このような現状を打破する目的で，さまざまな新素材の開発が行われている．セラミックスや金属間化合物などがそれである．しかし，いずれの材料も金属材料にとってかわるのにはいまだ十分ではなく，実用化に向けてのさらなる研究が必要とされている．

セラミックスは一般に非金属元素を含む化合物である．これに対し金属間化合物とは金属元素または半金属元素を主たる構成成分とする化合物と定義されている(山口，馬越 1984)．地球上に存在する金属元素の約 8 割ほどが金属元素，半金属元素であるため，形成される金属間化合物の種類は膨大である．一般に金属性の強い元素からなる金属間化合物は金属的な性質すなわち常温延性・加工性・熱伝導性・電気伝導性に優れた性質を示す．これに対し非金属性の強い元素からなる金属間化合物は，原子間の結合に共有結合的性質が生じることにより剛性率・高温強度・耐食性・耐摩耗性などに優れた性質を示し，それと同時に金属的な性質が低下する．このように金属間化合物は金属とセラミックスの間を埋める材料群であり，その特性は金属性の強いものから非金属的な性質を示すものまで多岐にわたっている．このため我々が必要としている性質を兼ね備えた材料がこの材料群の中に存在している可能性が高い．構造材料の分野で最も高度な性能が要求されるのは，ジェットエンジンに代表されるガスタービンや宇宙ロケット，火力発電，エンジン等の高温構造材料の分野である．高温構造材料には，高温強度，耐酸化性は言うまでもなく，さらに常温延性や加工性といった性質も要求される．このような非金属性に由来する利点と金属的な性質を兼ね備えた材料として注目されている金属間化合物は遷移金属のアルミナイドである．現在，実用化されつつある遷移金属アルミナイドの一つに Ni_3Al がある． Ni_3Al

相は温度の上昇とともに強度が増大するという強度の逆温度依存性を示す。また微量の B を添加したものは十分な延性を有している。主としてこのような性質が Ni_3Al を魅力的なものとしている。しかしながら最近では効率や燃費の改善 支持構造体の寿命延長などのため、より軽量の Ti-Al 系の金属間化合物が注目されている。

図 1.1 に Ti-Al 二元系平衡状態図を示す(Okamoto 1993). この系の中で Ti_3Al , TiAl , TiAl_3 の 3 種類の金属間化合物に関して、実用化を目指して多くの研究がなされてきた。表 1.1 に TiAl 系合金の特性を Ti 合金と超合金と比較したものを示す(Kim 1994). Ti_3Al 基の合金の研究はかなり古くから行われており、すでに一部実用化がなされている。 $\text{Ti}_3\text{Al}(\alpha_2)$ 相は最密六方晶を基礎とする規則構造(D0_{19} 型構造)をとる。 Ti_3Al は状態図からわかるように高温では温度上昇に伴い不規則 α 相(最密六方晶), β 相(体心立方晶)へと変態する。 Ti_3Al 基の合金に関しては、このような相変態を利用して、組織制御やさまざまな複相組織をつくりこむことができ、それによる機械的性質の制御が可能である。また高温相である α 相と β 相はいずれも Ti-Al の固溶体であるため、高温における加工性は優れているという特徴

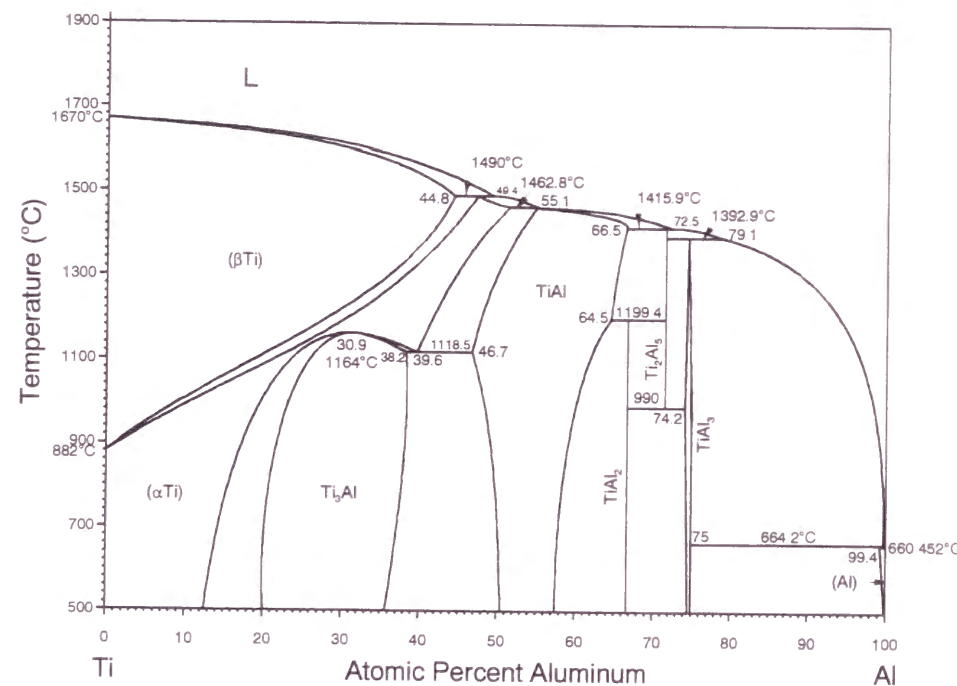


図 1.1 Ti-Al 二元系平衡状態図.

表 1.1 チタンアルミナイドと Ti 基合金, 超合金の特性の比較.

Property	Ti-Base	Ti_3Al -Base	TiAl-Base	Superalloys
Structure	hcp/bcc	D0_{19}	L1_0	fcc/ L1_2
Density (g/cm^3)	4.5	4.1-4.7	3.7-3.9	7.9-8.5
Modulus (GPa)	95-115	110-145	160-180	206
Yield Strength (MPa)	380-1,150	700-990	350-600	800-1,200
Tensile Strength (MPa)	480-1,200	800-1,140	440-700	1,250-1,450
Room-Temp. Ductility (%)	10-25	2-10	1-4	3-25
High-Temp. Ductility ($\%/^{\circ}\text{C}$)	12-50	10-20/660	10-600/870	20-80/870
Room-Temp. Fracture Toughness ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	12-50	13-30	12-35	30-100
Creep Limit ($^{\circ}\text{C}$)	600	750	750*-950*	800-1,090
Oxidation ($^{\circ}\text{C}$)	600	650	800*-950*	870*-1,090*

* Duplex microstructures. † Fully-lamellar microstructures. ‡ Uncoated. § Coated/Actively cooled.

を持っている。 Ti_3Al 基の合金の問題点は、主として常温延性と耐酸化性が乏しいことである。このうち常温延性に関しては、10%程度の Nb を添加することにより大幅に改善される。しかしながら耐酸化性に関しては、有効な改善策が見出されていない。このため Ti_3Al 基の合金の使用可能温度が 600°C 程度に限定されており、Ti 基の合金の性能を大きく凌駕するには至っていない(Lipsitt 1993). これに対して TiAl 基の合金は高温では超合金に匹敵するヤング率と耐力を持ち、しかも比重が半分以下であるという利点がある。また耐酸化性に関しても表面処理や表面皮膜などによる改善が可能である。このような理由のため、現在、次世代の軽量耐熱構造用材料として TiAl 基合金が最も集中的に研究されている。

金属間化合物 TiAl はほぼ化学量論組成から Al-rich 側に広い固溶範囲を持つ化合物であるが、現在一般的に用いられる TiAl という名称は必ずしもこの化合物そのものを表すものではなく、化学量論組成より Ti-rich 側に存在する $\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 二相化合物を表すことが多い。これは $\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 二相化合物が単相の TiAl よりも比較的延性に優れているため、実用化を目指した研究が集中しているからである(Kim and Dimiduk 1991, Yamaguchi and Inui 1993, Kim 1994, Dimiduk 1995).

$\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 二相化合物は通常の凝固状態では特殊な層状組織を形成している。 $\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 二相化合物の組織は図 1.1 に示した状態図から予想されるように高温加工とその後の熱処理によりさまざまに変化しうる(Kim and Dimiduk 1991, Yamaguchi and Inui 1993, Kim 1994). この性質を利用して常温延性の改善や高温強度の向上を目指して組織制御法が現在活発に研究されている。図 1.2, 1.3 に加工熱処理により得られる典型的な組織とそれらの機械的

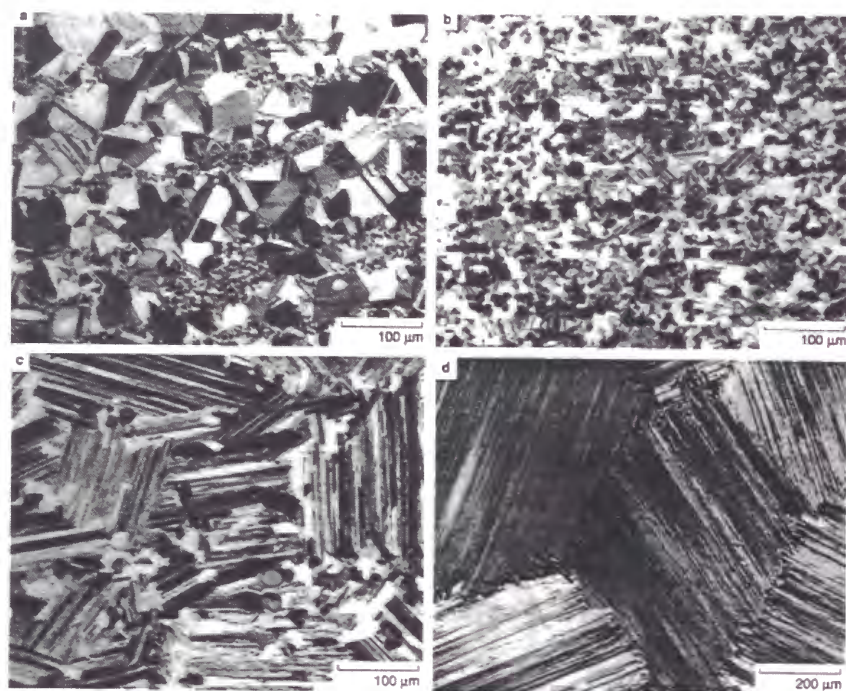


図 1.2 加工熱処理後の典型的な二相化合物の組織 (a)Near-gamma, (b)Duplex, (c)Nearly lamellar, (d)Fully lamellar.

性質を示す(Kim and Dimiduk 1991, Kim 1994). 図中では次の4種類, すなわち(1)Near-gamma組織(NG), (2)duplex組織(DP), (3)Nearly lamellar組織(NL), (4)Fully lamellar組織(FL)に分類されている. 図 1.3 から明らかなように, 延性, 高温強度や破壊靱性といった性質は組織により大きく変化するが, これらすべての性質は, 延性の観点からは等軸の層状組織粒と TiAl 粒からなる duplex 組織が優れている. 高温強度や破壊靱性に関しては典型的な層状組織粒のみからなる Fully Lamellar 組織が優れている. このような性質のためこれら2種類の組織について数多くの研究がなされてきたが, 現在ではバランスの良い機械的性質を示す材料を開発するという観点から, とくに層状組織粒のみからなる合金が注目されており, その欠点である常温延性の改善が重要な課題となっている(Kim and Dimiduk 1991, Yamaguchi and Inui 1993, Kim 1994). このような層状組織粒からなる合金の常温延性改善の指針を得るための基礎として, 層状組織粒そのものの力学物性や変形機構を明らかにすることは非常に重要である.

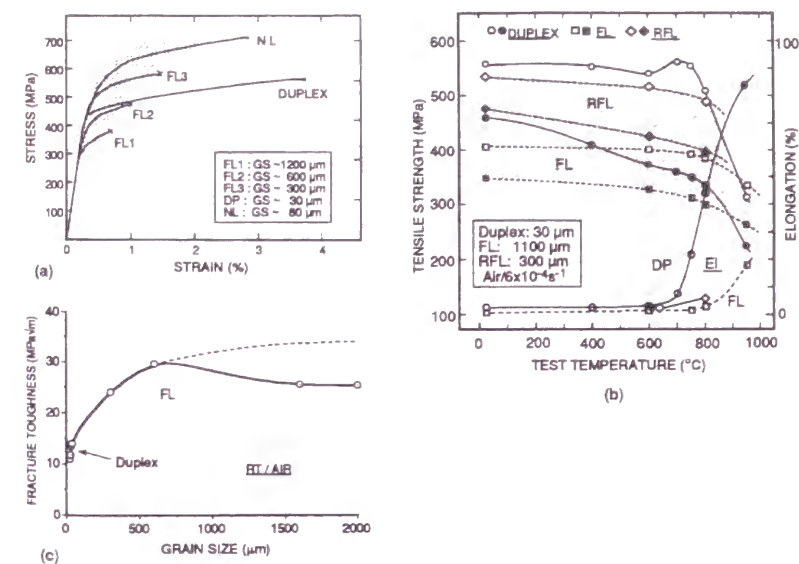


図 1.3 様々な組織形態を有する TiAl 基合金の(a)室温引張伸び, (b)引張特性の温度依存性, (c)破壊靱性の粒径依存性.

1.2. TiAl/Ti₃Al 二相層状組織の微細構造

TiAl/Ti₃Al 二相層状組織の形成メカニズムは, 合金の組成により少しずつ異なるが, 実用化に向けての研究が集中している Ti-48at.%Al 付近の組成では次のように考えられている. まず, α(不規則 hcp 相)から TiAl 相が板状に析出することにより TiAl/Ti₃Al 二相層状組織が形成される. その後の降温過程で TiAl 板が成長し, 最終的にα相が Ti₃Al 相に規則化することにより TiAl/Ti₃Al 二相層状組織となる(McCullough, Valencia, Levi and Mehrabian 1989, Kim and Dimiduk 1991, Yamaguchi and Inui 1993, Yamabe, Takeyama and Kikuchi 1995).

図 1.4 に TiAl と Ti₃Al の結晶構造およびそれぞれの最稠密面の原子配列を示す. TiAl 相は面心立方構造を基礎とする L1₀ 型構造をとる. [001]方向に Ti 原子のみからなる面と Al 原子のみからなる面が交互に積み重なっているため, 面心正方晶となっている. TiAl の格子定数は組成とともに変化するが, 二相合金中の TiAl 相の格子定数は $a = 0.40005\text{nm}$, $c = 0.40764\text{nm}$ であり, 軸比は 1.019 である(笠原, 橋本, 土肥, 辻本 1987). 一方, Ti₃Al 相は最密六方構造を基礎とする D0₁₉ 型構造をとる. Ti₃Al 相の格子定数も組成とともに変化するが, 二相合金中の Ti₃Al 相とほぼ同じ組成を持つ Ti₃Al 相の格子定数は $a = 0.5791\text{nm}$, $c = 0.4629\text{nm}$ であり, 軸比は 0.799 となっている(乾, 戸田, 岸田, 白井, 山口 1995). 層状

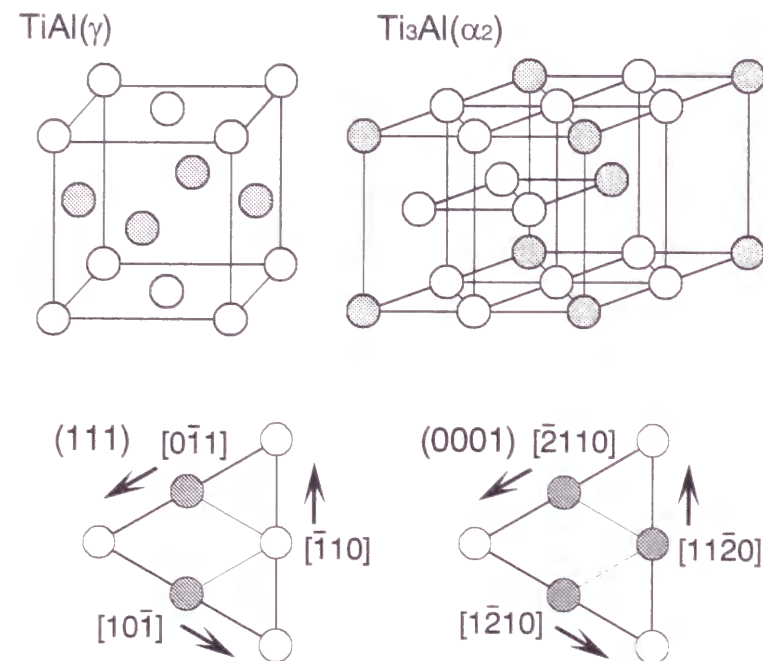


図 1.4 TiAl 相および Ti_3Al 相の結晶構造と最稠密面の原子配列.

組織中において、TiAl 相と Ti_3Al 相は互いの最稠密面と最稠密方向が平行となる方位関係を満たすように存在している(Blackburn 1970, Sastry and Lipsitt 1977, Inui, Oh, Nakamura and Yamaguchi 1992c).

$$\{111\}_{\text{TiAl}} // (0001)_{\text{Ti}_3\text{Al}}$$

$$\langle \bar{1}10 \rangle_{\text{TiAl}} // \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\text{Ti}_3\text{Al}}$$

図 1.4 から明らかなように Ti_3Al 相の(0001)面上の 3 つの $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向はすべて等価であるのに対して、TiAl 相の(111)面上の 3 つの $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向のうち $[\bar{1}10]$ 方向は他の $[0\bar{1}1]$, $[10\bar{1}]$ 方向とは等価ではない. このため Ti_3Al 相の(0001)面上に TiAl 相の(111)面が整合する場合、層状組織境界面に垂直な軸周りに 120° ずつ回転した 3 種類の整合の仕方が存在し、さらにベクトルの向きまで区別すれば次の 6 種類の整合が考えられる.

$$(I_M): [\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\uparrow [11\bar{2}0]_{\text{Ti}_3\text{Al}}, (II_M): [\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\uparrow [\bar{2}110]_{\text{Ti}_3\text{Al}}, (III_M): [\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\uparrow [1\bar{2}10]_{\text{Ti}_3\text{Al}},$$

$$(I_T): [\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\downarrow [11\bar{2}0]_{\text{Ti}_3\text{Al}}, (II_T): [\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\downarrow [\bar{2}110]_{\text{Ti}_3\text{Al}}, (III_T): [\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\downarrow [1\bar{2}10]_{\text{Ti}_3\text{Al}}.$$

ここで $[\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\uparrow \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\text{Ti}_3\text{Al}}$, $[\bar{1}10]_{\text{TiAl}} \uparrow\downarrow \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\text{Ti}_3\text{Al}}$ はそれぞれ TiAl 相の $[\bar{1}10]$ 方向が Ti_3Al 相の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向と平行、反平行であることを示す. このようにして TiAl 相には

6 種類の方位の異なるドメインが形成される(Feng, Michel and Crowe 1989, Inui, Nakamura, Oh and Yamaguchi 1991, Inui et al. 1992c, Yang and Wu 1992, Denquin and Naka 1993, Yang, Wu and Wang 1993, Appel, Beaven and Wagner 1993).

TiAl 相の生成密度があまり高くない場合は TiAl 相板同士が衝突することなく成長するが、50at.%Al に近い組成の合金の場合は必然的に TiAl 相板同士が隣接することになる. いま、上記の整合の仕方により形成された TiAl 相のうち前 3 者の最稠密面の積層を...ABCABC...であるとする、後 3 者の積層は...ACBACB...となっている. 異なる方位を持つ 2 つの TiAl ドメインが相隣接する場合を考える. それらの組み合わせが同じ積層のもの同士の場合、それらは層状組織境界面に垂直な軸に関して互いに 120° 回転した関係にある. これに対して異なる積層のものとの組み合わせの場合は双晶の関係となるが、このうち真の双晶となるのは I_M と I_T , II_M と II_T , III_M と III_T の組み合わせの場合のみである. 残りの組み合わせでは原子の種類まで区別すれば双晶の関係にはなっておらず、いわゆる擬双晶の関係となっている. 図 1.5 にドメイン構造の透過電子顕微鏡観察の例を示す(Inui et al. 1992c). 図は Ti-49.3at.%Al 組成のものの組織である. 入射ビームの方向は TiAl

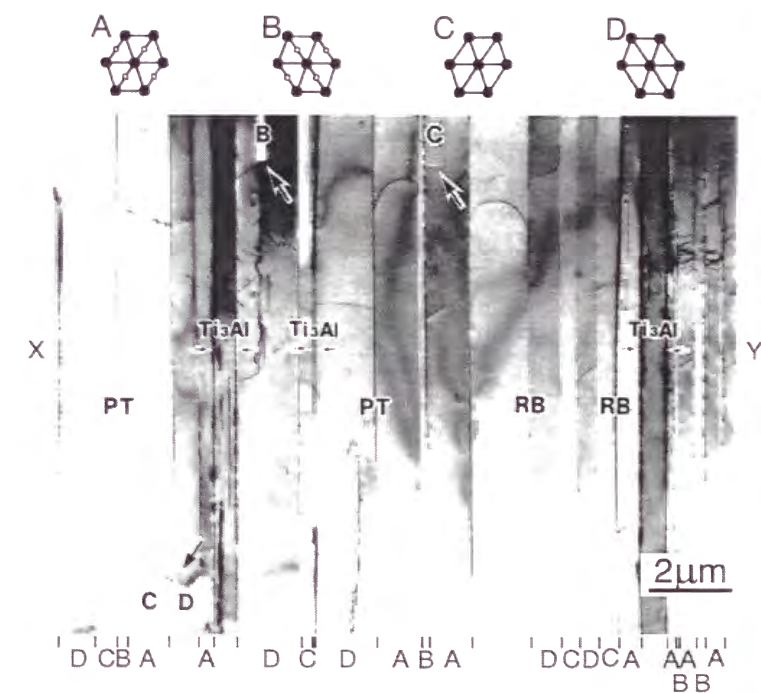


図 1.5 Ti-49.3at.%Al 組成を有する TiAl PST 結晶の層状組織.

相の $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向となっている。TiAl ラメラの厚さは約 1mm で、約 10mm おきに約 0.5mm の厚さの Ti_3Al ラメラが存在している。TiAl 相からは 4 種類の制限視野回折図形が得られる。A, B は基本格子反射と規則格子反射からなっており、入射方向は $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向となっている。C, D は基本格子反射のみからなっており、入射方向は $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向となっている。ここで相隣接する A と B のドメイン間の方位関係は双晶関係であり、A と D, B と C の場合は擬双晶の関係、さらに A と C, B と D の場合は 120° 回転関係にある。このようなドメイン構造を有するため、TiAl/TiAl 層状組織境界面には 3 種類、すなわち双晶境界(OT), 120° 回転境界(RB), 擬双晶境界(PT)が形成される。またそれぞれの TiAl ラメラ内には同一の積層を持つ 3 種類の TiAl ドメインが存在している。このためそれぞれの TiAl ラメラ内には 120° 回転境界が形成されている(図中矢印)。これらの他に TiAl/ Ti_3Al 層状組織境界面が存在しており、TiAl/ Ti_3Al 二相層状組織中にはさまざまな界面が含まれることになる。このような TiAl/ Ti_3Al 二相層状組織の持つドメイン構造とさまざまな界面の存在が、層状組織の変形と密接に関連している。

1.3. TiAl/ Ti_3Al 二相層状組織の変形

これまでに TiAl/ Ti_3Al 二相層状組織の変形を明らかにする目的で、層状組織を一方に制御した TiAl polysynthetically twinned crystal (PST 結晶)を用いた研究が行われてきた(Fujiwara, Nakamura, Hosomi, Nishitani, Shirai and Yamaguchi 1990, Inui, Nakamura, Oh and Yamaguchi 1992a, Inui, Oh, Nakamura and Yamaguchi, 1992b, Oh, Inui, Misaki, and Yamaguchi 1993, Yamaguchi and Inui 1993)。なお、PST 結晶の名前は、薄い双晶が重なっている状態を polysynthetic twinning と呼ぶことに由来しているが、結晶全体が同じ方位の層状組織からなる結晶をはじめて育成し、PST 結晶と命名したのは Fujiwara らの研究成果である。現在では、TiAl PST 結晶という名称は国際的に広く用いられるに至っている。さて、図 1.6(a, b)に PST 結晶の降伏応力と引張伸びの荷重軸方位依存性を示す(Fujiwara et al. 1990, Inui et al. 1992b)。PST 結晶の降伏応力、引張伸びの値は層状組織境界と荷重軸のなす角度(ϕ)に大きく依存する。Ti-49.3at.%Al の組成を持つ PST 結晶の変形応力は $\phi = 90^\circ$ (N 方位)の場合に最も高く、次に $\phi = 0^\circ$ (A 方位)の場合に高い値を、 ϕ が中間の値を取るとき(B, C, D 方

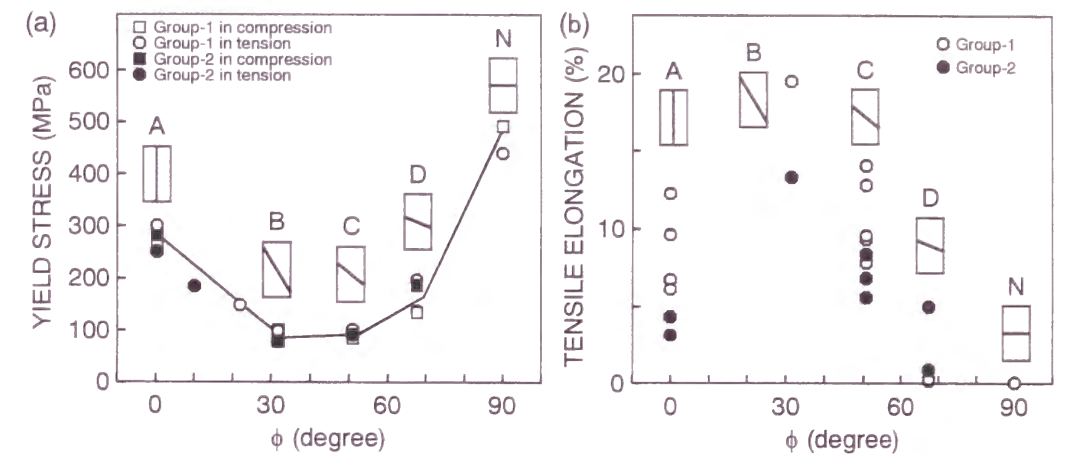


図 1.6 TiAl PST 結晶の(a)降伏応力、(b)引張伸びの荷重軸方位依存性。

位)は前 2 者に比べて圧倒的に低い値を取る。A, N 方位の場合はせん断変形が層状組織境界と交差する $\{111\}$ 面上でおこるのに対し、中間方位では層状組織境界に平行に進行する。このように層状組織粒の変形は hard type, easy type の 2 つのタイプの変形様式が存在している(Fujiwara et al. 1990, Inui et al. 1992b)。引張伸びは easy type の場合に高い値を示し $\phi = 31^\circ$ の B 方位の時に最も高い値を取る。Hard type のうち N 方位ではまったく引張伸びを示さないのに対し、A 方位の場合は比較的良好な引張伸びが得られる(Fujiwara et al. 1990, Inui et al. 1992b)。また A 方位に関しては良好な破壊靱性を示すのに対し、N 方位は靱性が非常に乏しい(Yokoshima and Yamaguchi 1996)。このように層状組織の変形挙動は非常に強い異方性を有している。

1.4. TiAl 相と Ti_3Al 相中で活動可能な変形モード

$L1_0$ 型構造を持つ TiAl 相で活動可能なすべり系は基本的には面心立方晶のものと同様の $\{111\}\langle \bar{1}10 \rangle$ すべりであるが、規則構造を有することに伴いその変形を担う転位には 2 種類が存在する。c 軸を含まない変形の場合は面心立方晶と同様に $1/2\langle \bar{1}10 \rangle$ 普通転位(図 1.7 中 \mathbf{b}_0)が、c 軸を含む変形の場合は面心立方晶の場合の 2 倍の大きさを持つ $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位(図 1.7 中 \mathbf{b}_s)がそれぞれ活動する。この他に $1/2\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ 超格子転位(図 1.7 中 \mathbf{b}_p)の活動も観察されている。普通転位、超格子転位ともに図 1.7 に示すように短いバーガー・スベクトルを持つ転位に分解することが可能である。これらのすべり変形と $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$

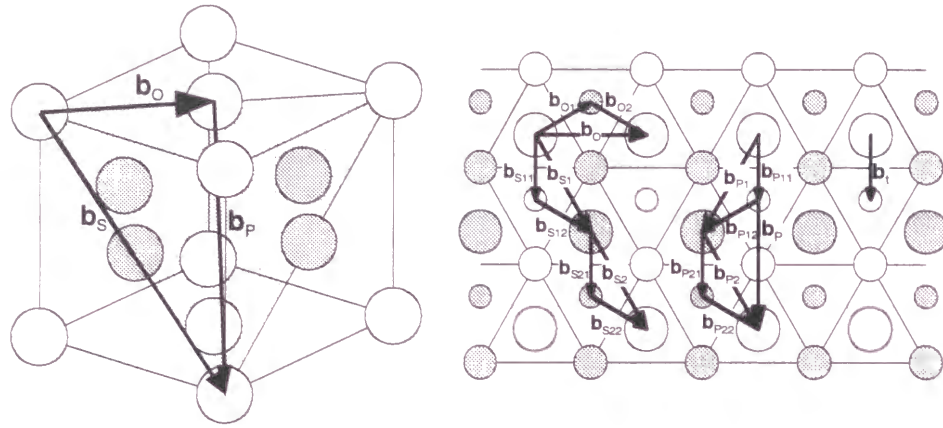


図 1.7 TiAl 相中で活動可能な変形モード.

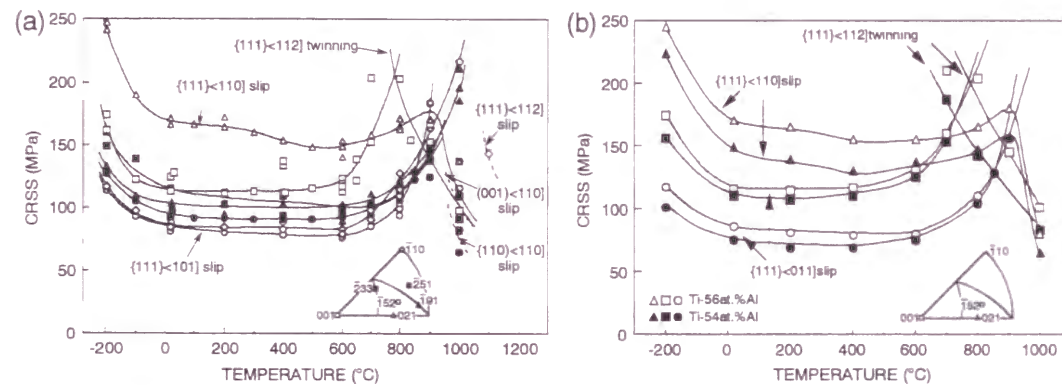


図 1.8 (a)Ti-56at.%Al 単相単結晶で活動する変形モードの CRSS の温度依存性, (b)TiAl 単相単結晶で活動する変形モードの CRSS の Al 濃度依存性.

変形双晶(図 1.7 中 **b_t**)が TiAl 相で活動可能な主な変形モードである(山口, 馬越 1984). 図 1.8(a)に Ti-56at.%Al の組成を持つ TiAl 単相単結晶中で活動する各すべり系に対する CRSS の温度依存性を示す(Inui, Matsumuro, Wu and Yamaguchi 1997). 図からも明らかなように, 普通転位によるすべり, 超格子転位によるすべりのいずれも高温で温度の上昇とともに CRSS が増大するという, いわゆる逆温度依存性を示す. 普通転位による逆温度依存性には, 交差すべりにより形成された cusp が pinning point となることが関与していると考えられており(Whang and Hahn 1993, Viguer, Hemker, Bonneville, Louchet and Martin 1995), Louchet and Viguer(1995)によりその機構を説明するモデルが提案されている. 超格子転位に関しては, 一つの超格子部分転位が交差すべりすることにより不動化をすることが関与していると考えられているが(Hug, Loiseau and Veyssiere 1988, Li and Whang 1992, Inui et al.

1997), その機構は $L1_2$ 型構造の Ni_3Al に比べて非常に複雑であり, 現在までのところ有効な解釈はなされていない. Al-rich 組成を有する TiAl 単相化合物で活動する変形モードに対する CRSS は Al 濃度に依存することが報告されている(Inui and Yamaguchi, 1997). 図 1.8(b)に示すようにいずれの変形モードに関しても CRSS の値が Al 濃度の上昇に伴って増

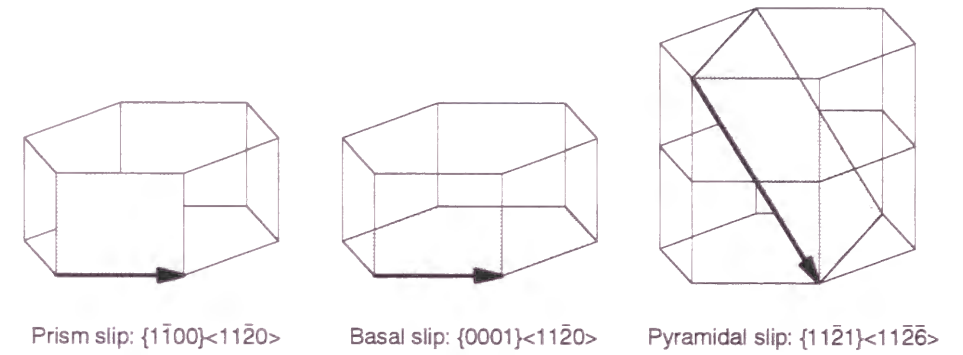


図 1.9 Ti_3Al 相の圧縮変形時に観察される変形モード.

加する. 二相化合物中の TiAl 相の組成はほぼ化学両論組成であるが, 50at.%Al 付近の組成では単相単結晶を育成することが困難なため, 二相化合物中の TiAl 相で活動可能な変形モードに対する CRSS の値および温度依存性は報告されていない.

$D0_{19}$ 型構造の Ti_3Al 相で活動可能なすべり系としては, 図 1.9 に示すように $\{1\bar{1}00\}<11\bar{2}0>$ 柱面すべり, $\{0001\}<11\bar{2}0>$ 底面すべり, $\{11\bar{2}1\}<11\bar{2}\bar{6}>$ 錘面すべりが存在する. Ti-36.5at.%Al 組成を有する Ti_3Al 単相単結晶の室温圧縮変形での CRSS の値は柱面すべり, 底面すべり, 錘面すべりに対してそれぞれ約 100MPa, 329MPa, 911MPa の値を取る(Inui, Toda and Yamaguchi 1993). このように柱面, 底面すべりの CRSS に比べて, 錘面すべりの CRSS は非常に高い値を取る. また柱面, 底面すべりは温度上昇とともに CRSS が低下するが, 錘面すべりは顕著な逆温度依存性を示す(Minonishi 1991, Umakoshi, Nakano, Takenaka, Sumimoto and Yamane 1993, Yoshimura, Minonishi and Otsuka 1993). このような Ti_3Al 相の有する変形の異方性は層状組織粒の変形に大きな影響を及ぼすと考えられる.

1.5. 本研究の目的

これまでの PST 結晶を用いた研究により，室温での層状組織の機械的性質については多くの知見が得られてきたが，層状組織の変形機構，高温での力学物性など解明すべき点が多く存在している．本研究ではこのような問題点を明らかにすることにより層状組織が有する異方性の原因および影響を探り，層状組織粒の有効利用のための指針を得ることを目的とした．

具体的にはまず層状組織を一方向に制御した TiAl PST (polysynthetically twinned)結晶を用いてさまざまな荷重軸方位で圧縮・引張変形を行い，層状組織粒の機械的性質，変形組織を詳細に調べる．この際，TiAl 相のドメイン構造を考慮に入れて系統的に変形モードの同定を行い，層状組織のマクロな変形挙動と比較することにより層状組織粒の変形機構を明らかにする．

PST 結晶により得られた知見を多結晶体へ応用するためには，層状組織粒からなる結晶粒界の影響や粒界間での結晶の方位差の影響などを明らかにする必要がある．そこで 2 つの PST 結晶を拡散接合することにより双結晶状の結晶，TiAl bi-PST 結晶を作製し，その機械的性質，変形組織を調べることにより，層状組織粒からなる結晶粒界が変形に及ぼす影響を調べる．

層状組織粒の変形挙動，とくに破壊挙動には層状組織境界面の性質が大きな影響を及ぼすことが知られている．層状組織境界面の構造や界面転位については多くの研究がなされているが(Mahon and Howe 1990, Zhao and Tangri 1991, 1992, Inui et al. 1991, 1992a, Kad and Hazzledine 1992, Hazzeldine, Kad, Fraser and Dimiduk 1993, Appel et al. 1993, He, Ye, Ning, Cao and Han 1993, Yang et al. 1993, Ricolleau, Denquin and Naka 1994, Dimiduk, Sun and Hazzeldine 1995)，界面近傍における組成変化などの化学的変化についてはほとんど研究がなされていない(Hanamura, Uemori and Tanino 1988, Larson, Liu and Miller 1997)．そこで本研究では界面近傍での組成変化，添加元素の偏析挙動を調べ，組成変化と変形挙動の相関について明らかにする．

参考文献

- Appel, F., Beaven, P.A., and Wagner, R., 1993, *Acta metall. mater.*, 41, 1721.
- Blackburn, M.J., 1970, *The Science, Technology and Applications of Titanium*, edited by R.T. Yaffe and N. Promisel (Oxford: Pergamon), p.633.
- Denquin, A., and Naka, S., 1993, *Phil. Mag. Lett.*, 68, 13.
- Dimiduk, D.M., 1995, *Gamma Titanium Aluminides*, edited by Y-W. Kim, R. Wagner and M. Yamaguchi (Warrendale: Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society), p. 3.
- Dimiduk, D.M., Sun, Y.Q., and Hazzledine, P.M., 1995, *High Temperature Ordered Intermetallic Alloy VI*, edited by J. Horton, I. Baker, S. Hanada, R.D. Noebe and D.S. Schwartz (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 599.
- Feng, C.R., Michel, D.J., and Crowe, C.R., 1989, *Scripta metall.*, 23, 1135.
- Fujiwara, T., Nakamura, A., Hosomi, M., Nishitani, S.R., Shirai, Y., and Yamaguchi, M., 1990, *Phil. Mag. A*, 61, 591.
- Hanamura, T., Uemori, R., and Tanino, M., 1988, *J. Mater. Res.*, 3, 656.
- He, L.L., Ye, H.Q., Ning, X.G., Cao, M.Z., and Han, D, 1993, *Phil. Mag.*, A, 67,1161.
- Hezzledine, P.M., Kad, B.K., Fraser, H.L., and Dimiduk, D.M., 1993, *Intermetallic Matrix Composites II*, edited by D.M. Miracle, D.L. Anton and J.A. Graves (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 81.
- Hug, G., Loiseau, A., and Veyssiere, P., 1988, *Phil. Mag. A*, 57, 499.
- Inui, H., Nakamura, A., Oh, M.H., and Yamaguchi, M., 1991, *Ultramicroscopy*, 39, 268; 1992a, *Phil. Mag. A*, 66, 557.
- Inui, H., Matsumuro, M., Wu, D.-H., and Yamaguchi, M., 1997, *Phil. Mag. A*, 75, 395.
- Inui, H., Oh, M.H., Nakamura, A., and Yamaguchi, M., 1992b, *Acta metall. mater.*, 49, 3095; 1992c, *Phil. Mag. A*, 66, 539.
- Inui, H., Toda, Y., and Yamaguchi, M., 1993, *Phil. Mag. A*, 67, 1315.
- Inui, H., and Yamaguchi, M., 1997, *Properties of Complex Inorganic Solids*, edited by A. Gonis et al. (New York: Plenum Press), 309.
- Kad, B.K., and Hazzledine, P.M., 1992 *Phil. Mag. Lett.*, 66, 133.
- Kim, Y-W., 1994, *J. Metals*, 46, 30.
- Kim, Y-W., and Dimiduk, D.M., 1991, *J. Metals*, 43, 40.

Kim, Y-W., and Froes, F.H., 1990, High Temperature Aluminides and Intermetallics, edited by S.H. Whang, C.T. Liu, D.P. Pope and J.O. Stieger Service (Warrendale: Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society), p. 465.

Larson, D., Liu, C.T., and Miller, M.K., 1997, Intermetallics, 5, 497.

Li, Z.X., and Whang, S.H., 1992, Mater. Sci. Engng., A152, 182.

Lipsitt, H.A., 1993, High Temperature Ordered Intermetallic Alloy V, edited by I. Baker, R. Darolia, J.D. Whittenberger and M.H. Yoo (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 119.

Louchet, F., and Viguier, B., 1995, Phil. Mag. A, 71, 1313.

Mahon, G.J., and Howe, J.M., 1990, Metall. Trans. A, 21, 1655.

McCullough, C, Valencia, J.J., Levi, C.G., and Mehrabian, R., 1989, Acta Metall., 37, 1321.

Minonishi, Y., 1991, Phil. Mag. A, 63, 1085.

Oh. M.H., Inui, H., Misaki, M., and Yamaguchi, M., 1993, Acta Metall. Mater., 41, 1939.

Okamoto, H., 1993, Binary Phase Diagram Updating Service (Warrendale: Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society).

Ricolleau, Ch., Denquin, A., and Naka, S., 1994, Phil. Mag. A, 69, 197.

Sastry, S.L.M., and Lipsitt, H.A., 1977, Metall. Trans. A, 8, 299.

Umakoshi, Y., Nakano, T., Takenaka, T., Sumimoto, K., and Yamane, T., 1993, Acta Metall. Mater., 41, 1149.

Viguier, B., Hemker, K., Bonneville, J., Louchet, F., and Martin, J.L., 1995, Phil. Mag. A, 71, 1295.

Whang, S.H., and Hahn, Y.D., 1993, Phil. Mag. A, 68, 183.

Yamabe, Y., Takeyama, M., and Kikuchi, M., 1995, Gamma Titanium Aluminides, edited by Y-W. Kim, R. Wagner and M. Yamaguchi (Warrendale: Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society), p. 111.

Yamaguchi, M., and Inui, H., 1993, Structural Intermetallics, edited by R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle and M.V. Nathal (Warrendale: Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society), p. 127.

Yang, Y.S., and Wu, S.K., 1991, Scripta metall. mater., 25, 255; 1992, Phil. Mag. A, 65, 15.

Yang, Y.S., Wu, S.K., and Wang, J.Y., 1993, Phil. Mag. A, 67, 463.

Yokoshima, S., and Yamaguchi, M., 1996, Acta. mater., 44, 873.

Yoshimura, Y., Minonishi, Y., and Otsuka, M., 1993, Proc. of 3rd Japan International SAMPE Symp., edited by M. Yamaguchi and H. Fukutomi, (Tokyo: Japan Chapter of SAMPE) p. 1542.

Zhao, L., and Tangri, K., 1991, Acta Metall. Mater., 39, 2209; 1992, Phil. Mag., A, 65, 1065.

乾晴行, 戸田欣樹, 岸田恭輔, 白井泰治, 山口正治, 1995, 日本金属学会誌, 59, 586.

笠原和男, 橋本健紀, 土肥春夫, 辻本得蔵, 1987, 日本金属学会誌, 51, 278.

山口正治, 馬越佑吉, 1984, 金属間化合物 (日刊工業新聞社).

第 2 章 TiAl PST 結晶の変形機構

2.1. 緒言

TiAl/Ti₃Al 二相化合物の変形機構を理解するためには、まず TiAl 相で活動する変形モードを同定することが必要不可欠である。これまでに行われてきた多くの研究によれば、室温で変形した二相化合物中の TiAl 相では、変形双晶と $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位のみが活動するとされていた(Sastry and Lipsitt 1980, Hall and Huang 1989, Vasudevan, Stucke, Court and Fraser 1989, Wunderlich, Kremser and Frommeyer 1990, Huang and Hall 1991, Kim, Hahn and Whang 1991, Beaven, Appel, Dogan and Wagner 1992, Inui, Nakamura, Oh and Yamaguchi 1992a). しかし最近の研究では変形双晶、普通転位に加えて、超格子転位の活動も報告されている(Kad, Hazzeldine and Fraser 1993, Morris 1994). これらの研究は多結晶を用いたものであるため、層状組織粒に存在している方位の異なる 6 種類の TiAl ドメインまでは考慮されていない。このため二相化合物中の TiAl 相で活動する変形モードを十分に評価しているかどうかについては疑問の余地がある。そこで本研究では一方向の層状組織粒からなる TiAl PST 結晶を用いてさまざまな荷重軸方位に関して圧縮および引張試験を行い、その変形組織を TiAl 相のドメイン構造まで考慮に入れて観察することにより TiAl 相で活動する変形モードの同定を行った。このようにして同定したミクロな変形モードと試料のマクロな形状変化を比較することにより、層状組織粒本来の変形機構を考察する。

TiAl/Ti₃Al 二相化合物を高温構造用材料としての実用化のためには、その強度や延性の温度変化を評価することは重要なことである。この問題については数多くの研究がなされてきたが、それらの結果やメカニズムに関しては必ずしも一致が見られているわけではない。変形応力の温度依存性に関して、とくに逆温度依存性の有無に関しては結果が二分している。ほとんどの研究においては、顕著な強度の逆温度依存性は認められていないが(Huang and Hall 1991, Krishnamurthy and Kim 1991, Shih, Huang, Scarr, Jang and Chesnutt 1991), Umakoshi and Nakano (1992)や Morris(1994)は、それぞれ 500°C および 400°C において、強度のピークを観察している。Umakoshi ら(1992)は PST 結晶を層状組織境界面に垂直に圧縮した場合に強度のピークを見出し、それを Ti₃Al 相の錘面すべりの異常強化現象に関連

するものと考察している。また Morris(1994)は多結晶の二相化合物において異常強化現象を観察しているが、その原因をピーク温度における変形双晶の割合の増加に伴う双晶の交切、ならびに交切部から発生する林転位の増加によるものとしている。一方、引張伸びの温度依存性に関しては比較的良い一致を示している。TiAl 二相化合物の引張伸びは 700°C ないし 800°C 付近から急激に増大しはじめる(Lipsitt, Shechtman and Schafrik 1975, Huang and Hall 1991, Shih et al. 1991, Krishnamurthy and Kim 1991, Beaven et al. 1992)。このような傾向を示す原因については諸説がある。Lipsitt ら(1975)は, faulted dipole の存在および変形双晶の活動する割合の変化が引張延性の温度変化の原因であるとしている。このうち変形双晶と延性の関連については多くの研究者が考察している(Court, Vasudevan and Fraser 1990, Krishnamurthy and Kim 1991, Beaven et al. 1992)。さらに最近では $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位の移動度の温度変化と関連しているとする説も提案されている(Kad and Fraser 1994, Sriram, Vasudevan and Dimiduk 1995)。

本研究では-196°C から 1100°C の温度範囲で PST 結晶の圧縮、引張変形を行い、その結果から層状組織の変形応力、引張伸びの温度変化の原因を考察する。

2.2. 実験方法

2.2.1. PST 結晶の作製

TiAl PST 結晶は光学式浮遊帯域溶融法により作製した。図 2.1 に光学式浮遊帯域溶融装置の模式図を示す。この装置では加熱源として 2 本のハロゲンランプを用い、その光を楕円面反射鏡で集光し、棒状試料の一部を加熱することにより熔融域を形成させる。この熔融部分を一定速度で移動させることにより試料を一方向凝固させ、種結晶の上に円柱状の結晶を育成することができる。本装置では坩堝を使わずに結晶を育成させるため、坩堝からの不純物の混入がない、清浄な結晶を育成することができる。また試料の育成は石英管の中で雰囲気制御して行うことができる。

本研究では Ti-49.3at.%Al の組成を持つアークメルト材を母材(直径約 10mm, 長さ約 100mm)として用いた。種結晶にも同じ組成のアークメルト材を用いた。結晶の育成はアルゴン気流中で行い、熔融域の移動速度は 5mm/h とした。また、熔融域を攪拌し組成を

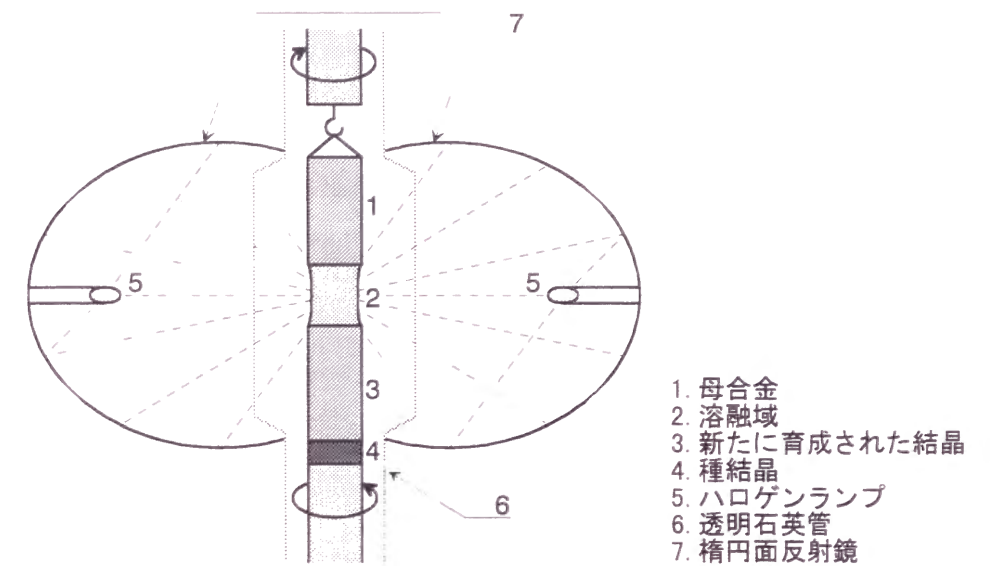


図 2.1 光学式浮遊帯域溶融装置の模式図。

均一化する目的で、母材を 20r.p.m., 種結晶を 5r.p.m.で互いの回転が逆方向となるように回転させた。このようにして育成した結晶のうち、一方向の層状組織からなる部分を試料として用いた。

2.2.2. PST 結晶の方位解析

育成した PST 結晶の表面には一方向の層状組織境界面が明瞭に現れている。この層状組織境界面は先に述べたように TiAl 相の{111}面となっている。本研究ではこれ以降、層状組織境界面を(111)面とする。

結晶方位の解析には X 線背面ラウエ法を用いた。PST 結晶中の TiAl 相は方位の異なる 6 種類の TiAl ドメインからなるため、ラウエパターンはこれら 6 種類のパターンが重なったものとなっている。そのため任意の方位のラウエパターンからの方位の解析は非常に困難である。

そこで本研究では解析を簡単にするためにまず層状組織境界面である(111)面を求めた。これは層状組織境界が容易に判別できること、さらに層状組織境界面法線方向がすべての TiAl ドメインに対して共通であるという理由のためである。§1.2 で述べたように、6 種類の TiAl ドメインは層状組織境界面法線に関して互いに 120°ずつ回転関係した関係にある

3 種類のドメインとそれぞれと双晶の関係にある 3 種類のドメインから形成されているのだが、これは見方を変えれば層状組織境界面法線まわりに 60° きざみでドメインが存在していることに対応する。したがって PST 結晶の層状組織境界面に垂直な方向に関するラウエパターンは TiAl 相の(111)面法線方向からのラウエパターンを 60° ずつ回転したものの重ねあわせとなる。図 2.2(a - c)に一つの TiAl ドメインからのラウエパターン、6 種類のドメインの重ねあわせおよび実験的に得られるラウエパターンを示す。

層状組織境界面である(111)面を正確に求めた後、これに垂直な $\langle \bar{1} \bar{1} 2 \rangle$ 方向、または $\langle 1 \bar{1} 0 \rangle$ 方向を求めた。これらの方向からのラウエパターンは(111)面が双晶面であること、TiAl 相が正方晶であることに対応してそれぞれ図 2.2(d - f), (g - i)のようになる。図 2.2(d, g)は一つの TiAl ドメインからのラウエパターン、図 2.2(e, h)は 6 種類の TiAl ドメインからのものを重ねあわせたもの、図 2.2(f, i)は実験的に得られるラウエパターンである。

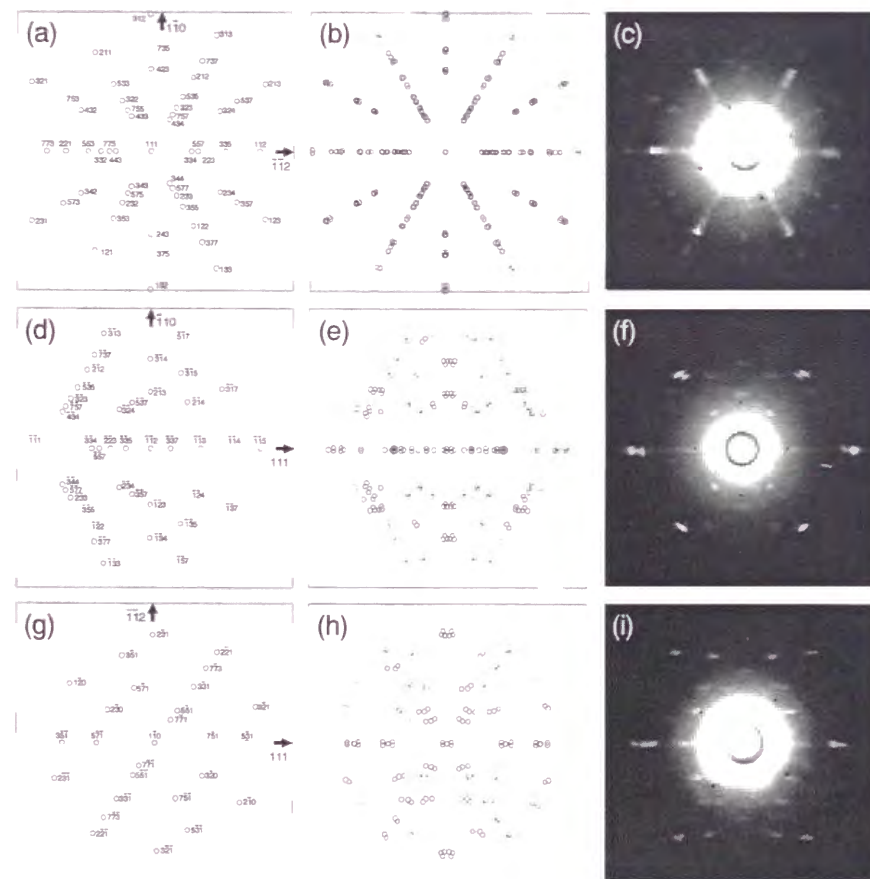


図 2.2 PST 結晶の(a-c)[111],(d-f)[$\bar{1} \bar{1} 2$],(g-i)[$\bar{1} \bar{1} 0$]入射時に得られる背面ラウエ図形。

2.2.3. 圧縮，引張試片の作製

結晶方位が明らかとなった PST 結晶から、マイクロカッターと放電加工機を用いて圧縮試片および引張試片を切り出した。圧縮試片の形状は断面 $2.5 \times 2.5 \text{ mm}^2$ 、高さ 5mm の直方体とした。引張試片の形状は図 2.3 に示す通りであり、ゲージ部のサイズを $2 \times 0.5 \times 5 \text{ mm}^3$ とした。試験に先立ってこれらの試片の表面をエメリー紙で機械研磨し、さらに電解研磨を行った。電解研磨は、60%過塩素酸：n-ブチルアルコール：メチルアルコール＝1：6：10 の混合液を用いて、液温約 -60°C 、電圧 17V、電流 200～250mA、研磨時間 40 分の条件で行った。

図 2.4(a, b)に層状組織境界面と荷重軸との方位関係を示す。試験片は、層状組織境界面と荷重軸のなす角度(ϕ)が 0° , 31° , 90° となるように切り出し、それぞれを A, B, N 方位とした。図 2.4(b)は荷重軸方位をステレオ投影図に示したものである。図 2.4(b)に示すように A 方位と B 方位の試料に関しては 2 種類作製した。荷重軸が $[\bar{1} \bar{1} 2]$ 大円上にあり、yz 面が $(\bar{1} \bar{1} 2)$ 面に平行であるものをグループ 1、荷重軸が $[1 \bar{1} 0]$ 大円上にあり、yz 面が $(1 \bar{1} 0)$ 面に平行であるものをグループ 2 とした。本論文ではそれぞれを下付きの添え字 1, 2 で区別してあらわす。ここでの荷重軸の方位は PST 結晶中に存在する 6 種類の TiAl ドメインのうちの 1 つのものを用いて示してある。このドメインをバリエント I-マトリクス(ドメイン I_M)とし、これ以降、PST 結晶全体としてのマクロな結晶方位はこのドメインの結晶方位で表すことにする。またこのドメインと層状組織境界面法線方向に関して 120° ず

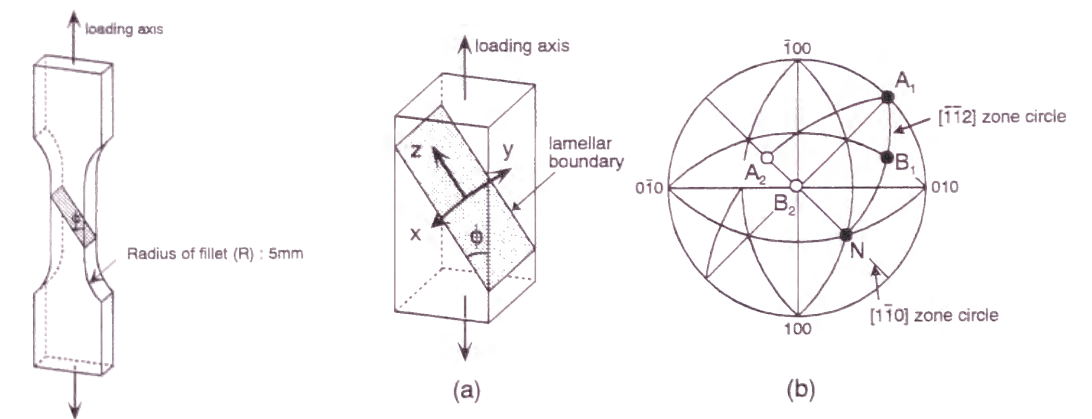


図 2.3 引張試験片の形状。

図 2.4 PST 結晶の荷重軸方位。(b)の荷重軸の方位は TiAl 相のドメイン I_M のものに対応。

表 2.1 TiAl PST 結晶中に存在する方位の異なる 6 種類の TiAl ドメインに対する x, y, z 軸のミラー指数.

		I_M	I_T	II_M	II_T	III_M	III_T
Group 1	x	$\bar{1}\bar{1}2$	$\bar{1}\bar{1}2$	$\bar{1}2\bar{1}$	$2\bar{1}\bar{1}$	$2\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}2\bar{1}$
	y	111	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	111	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	111	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$
	z	$\bar{1}10$	$1\bar{1}0$	$10\bar{1}$	$01\bar{1}$	$0\bar{1}1$	$\bar{1}01$
Group 2	x	$1\bar{1}0$	$\bar{1}10$	$\bar{1}01$	$0\bar{1}1$	$01\bar{1}$	$10\bar{1}$
	y	111	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	111	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	111	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$
	z	$\bar{1}\bar{1}2$	$\bar{1}\bar{1}2$	$\bar{1}2\bar{1}$	$2\bar{1}\bar{1}$	$2\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}2\bar{1}$

つ回転した関係にあるものをバリエント II-マトリクス(ドメイン II_M), バリエント III-マトリクス(ドメイン III_M)とし, これら 3 種類と規則双晶の関係にあるものをそれぞれバリエント I-ツイン(ドメイン I_T), バリエント II-ツイン(ドメイン II_T), バリエント III-ツイン(ドメイン III_T)とする.

図 2.4(a)中には層状組織境界面に関して固定した座標系(x, y, z)が示してある. これ以降, この座標系を PST 座標系と呼ぶことにする. 上記の 6 種類の TiAl ドメインそれぞれに関する x, y, z 方向を表 2.1 に示す. 本章では簡単のため TiAl 相を立方晶として取り扱った場合の方位で示している. TiAl 相は正方晶であるので, 表 2.1 に示す方位は厳密には正確ではない. しかし $c/a = 1.019$ とほぼ 1 に近いので, 本章では特に明記しない限り TiAl 相を立方晶として扱う.

表 2.2 に各方位の試料中の 6 種類の TiAl ドメインにおいて活動可能な各すべり系, 双晶系に対するシュミット因子を示す. 表中の C および T は $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ 変形双晶がそれぞれ圧縮変形時, 引張変形時に活動可能であることを示している.

2.2.4. 圧縮, 引張試験

圧縮, 引張試験はインストロン型試験機を用い, 歪速度 $2 \times 10^{-4} s^{-1}$ で $-196^\circ C$ から $1100^\circ C$ の温度範囲で行った. $-196^\circ C$ での試験は液体窒素中で, $-100^\circ C$ での試験は液体窒素で冷却したエチルアルコール中でそれぞれ行った. 室温以上の温度域での試験は試片の酸化を防止するために真空中で行った. 圧縮試片は降伏後, 塑性歪約 2%または 10%まで変形させた. 引張試片は電子顕微鏡観察に用いたものを除いて破断に至るまで変形させた.

表 2.2 A_1, A_2, B_1, B_2, N 方位を有する TiAl PST 結晶中の 6 種類の TiAl ドメインで活動可能な変形モードに対するシュミット因子. 表中の C, T は $\{111\}\langle 11\bar{2} \rangle$ 双晶がそれぞれ圧縮変形時, 引張変形時に活動可能であることを示している.

Orientation	Slip Plane	Slip direction	I_M	I_T	II_M	II_T	III_M	III_T
A_1	$(\bar{1}11)$	$[110]$	0	0	0.408	0	0	0.408
		$[0\bar{1}1]$	0.408	0.408	0.408	0	0	0.408
		$[101]$	0.408	0.408	0	0	0	0
		$[\bar{1}1\bar{2}]$	0.471(T)	0.471(T)	0.236(C)	0	0	0.236(C)
	$(1\bar{1}1)$	$[110]$	0	0	0	0.408	0.408	0
		$[011]$	0.408	0.408	0	0	0	0
		$[\bar{1}01]$	0.408	0.408	0	0.408	0.408	0
		$[1\bar{1}\bar{2}]$	0.471(T)	0.471(T)	0	0.236(C)	0.236(C)	0
	$(11\bar{1})$	$[\bar{1}10]$	0	0	0.408	0.408	0.408	0.408
		$[011]$	0	0	0.408	0	0	0.408
		$[101]$	0	0	0	0.408	0.408	0
		$[112]$	0	0	0.236(C)	0.236(C)	0.236(C)	0.236(C)
A_2	$(\bar{1}11)$	$[110]$	0.272	0.272	0.136	0.272	0.272	0.136
		$[0\bar{1}1]$	0.408	0.408	0.408	0	0	0.408
		$[101]$	0.136	0.136	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[\bar{1}1\bar{2}]$	0.314(C)	0.314(C)	0.393(T)	0.157(T)	0.157(T)	0.393(T)
	$(1\bar{1}1)$	$[110]$	0.272	0.272	0.272	0.136	0.136	0.272
		$[011]$	0.136	0.136	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[\bar{1}01]$	0.408	0.408	0	0.408	0.408	0
		$[1\bar{1}\bar{2}]$	0.314(C)	0.314(C)	0.157(T)	0.393(T)	0.393(T)	0.157(T)
	$(11\bar{1})$	$[\bar{1}10]$	0	0	0.408	0.408	0.408	0.408
		$[011]$	0.272	0.272	0.136	0.272	0.272	0.136
		$[101]$	0.272	0.272	0.272	0.136	0.136	0.272
		$[112]$	0.314(C)	0.314(C)	0.079(C)	0.079(C)	0.079(C)	0.079(C)
B_1	(111)	$[\bar{1}10]$	0.445	0.445	0.223	0.223	0.223	0.223
		$[01\bar{1}]$	0.223	0.223	0.223	0.445	0.445	0.223
		$[\bar{1}01]$	0.223	0.223	0.445	0.223	0.223	0.445
		$[11\bar{2}]$	0	0	0.386(T)	0.386(C)	0.386(C)	0.386(T)
B_2	(111)	$[\bar{1}10]$	0	0	0.386	0.386	0.386	0.386
		$[01\bar{1}]$	0.386	0.386	0.386	0	0	0.386
		$[\bar{1}01]$	0.386	0.386	0	0.386	0.386	0
		$[11\bar{2}]$	0.445(C)	0.445(T)	0.223(T)	0.223(C)	0.223(T)	0.223(C)
N	$(\bar{1}11)$	$[110]$	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[0\bar{1}1]$	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[101]$	0	0	0	0	0	0
		$[\bar{1}1\bar{2}]$	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)
	$(1\bar{1}1)$	$[110]$	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[011]$	0	0	0	0	0	0
		$[\bar{1}01]$	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[1\bar{1}\bar{2}]$	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)	0.157(C)
	$(11\bar{1})$	$[\bar{1}10]$	0	0	0	0	0	0
		$[011]$	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[101]$	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272	0.272
		$[112]$	0.314(T)	0.314(T)	0.314(T)	0.314(T)	0.314(T)	0.314(T)






















2.2.5. 変形組織の観察

変形後の試験片の表面観察には、微分干渉型金属顕微鏡を用いた。圧縮試片のマクロな形状変化および引張試片の破断面の観察には走査電子顕微鏡および実体顕微鏡を用いた。各 TiAl ドメインおよび Ti₃Al 相において活動する転位、変形双晶の観察は透過電子顕微鏡を用いて行った。透過電子顕微鏡観察用の薄膜は以下の手順で作製した。まず変形後の試片から層状組織境界面に平行(図 2.4(a)の xz 面)となるスライスおよび垂直(図 2.4(a)の yz 面)となるスライスを放電加工機を用いて切り出した。これらを機械研磨により約 120mm の厚さにした後、適当なサイズに切断し、Twin Jet 法により電解研磨した。電解研磨は 60% 過塩素酸：n-ブチルアルコール：メチルアルコール=1：6：10 の混合液を用いて、液温約-35℃、電圧 19V、電流 50～100mA の条件で行った。

各 TiAl ドメイン中で活動する変形モードを同定するためには、まず 6 種類の TiAl ドメインを区別する必要がある。層状組織境界面に垂直な yz 面に平行な薄膜に関しては、いくつかの方向から制限視野電子回折図形をとることにより容易に 6 種類のドメインを区別することができる。図 2.5(a, b)にその例を示す。ここでは x 軸入射時の回折図形と、y 軸周りに時計周りおよび反時計周りに 30°回転させた方向からの回折図形を示してある。図 2.5(a)はグループ 1、図 2.5(b)はグループ 2 にそれぞれ対応している。x 軸入射の際に基本反射と規則格子反射からなる回折図形を示すものがドメイン I であり、基本反射のみからなる回折図形を示すものがドメイン II,III である。さらにもうひとつの入射軸に関する回折図形を比較すれば、すべての区別をつけることができる。

転位のバーガースベクトルの同定は、通常のコントラスト解析とイメージ・マッチング法を用いた。イメージ・マッチング法には Head らの像計算プログラムを用い、観察像と計算像を比較することにより転位のバーガースベクトルを同定した(Head, Humble, Clarebrough, Morton and Forwood 1972)。像計算の際に用いたパラメーターを表 2.3 に示す(笠原, 橋本, 土肥, 辻本 1987, Peng, Ren, Dudarev and Whelan 1996, Tanaka, Ichitsubo, Inui, Yamaguchi and Koiwa 1996, Viguer and Hemker 1996)。

(a) SERIES - 1

	Matrix			Twin		
I						
II						
III						
	30° about y axis (counterclockwise) 			30° about y axis (clockwise) 	30° about y axis (counterclockwise) 	

(b) SERIES - 2






















	Matrix			Twin		
I						
II						
III						
	30° about y axis (counterclockwise) 			30° about y axis (clockwise) 	30° about y axis (counterclockwise) 	

図 2.5 PST 結晶中の 6 種類の TiAl ドメインに対する制限視野電子線回折図形。

表 2.3 転位の像計算に用いたパラメータ. ⁽¹⁾笠原ら 1987, ⁽²⁾Peng et al. 1996, ⁽³⁾Tanaka et al. 1996, ⁽⁴⁾Viguer et al. 1996.

Lattice constants (Å) ⁽¹⁾	a = 4.0005, c = 4.0674, c/a = 1.019
Thermal Debye parameter (Å ²) ⁽²⁾	B _{Al} = 0.7860, : B _{Ti} = 0.5173
Acceleration voltage (kV)	200
Elastic constants (GPa) ⁽³⁾	c ₁₁ = 179, c ₃₃ = 177, c ₁₂ = 76.0, c ₁₃ = 75.6, c ₄₄ = 104, c ₆₆ = 76.7
Extinction distances (nm)	ξ ₁₁₁ = 55.6, ξ ₂₀₀ = 66.3, ξ ₂₀₂ = 103.1, ξ ₂₂₀ = 104.0
Absorption coefficients (×10 ⁻³) ⁽⁴⁾	α ₁₁₁ = 23, α ₂₀₀ = 27, α ₂₀₂ = 35, α ₂₂₀ = 36

2.3. 実験結果

2.3.1. TiAl ドメインおよび Ti₃Al ラメラの分布

図 2.6(a, b)に本研究に用いた PST 結晶の組織を示す。図 2.6(a, b)はいずれも層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面の組織である。図 2.6(a)は光学顕微鏡により観察を行ったものである。光学顕微鏡観察に用いた試料は、電解研磨後に弗化水素酸：過酸化水素水：純水 = 1：5：50 の混合液を用いてエッチングを施してある。図 2.6(a)中の層状組織中には黒く見える領域と白く見える領域が存在している。これまでに研究により黒く見える領域の面法線は $\langle\bar{1}\bar{1}2\rangle$ であるのに対し、白く見える領域の面法線は $\langle\bar{1}2\bar{1}\rangle$ である事が分かっている。したがって黒く見える領域の大きさを測定すれば、TiAl 相のドメインの平均サイズを知ることができる。図 2.6(a)から明らかなように TiAl ドメインのサイズはあまり均質ではない。図 2.6(b)に走査電子顕微鏡観察の結果を示す。走査電子顕微鏡観察には反射電子像を用いている。反射電子放射率は原子番号依存性を持っているため、試料表面の化学組成がコントラストに反映される。したがって像の明暗から TiAl 相と Ti₃Al 相の区別ができ、これにより Ti₃Al ラメラの分布を知ることができる。図 2.6(b)の場合、暗い部分が TiAl 相に、明るい部分が Ti₃Al 相にそれぞれ対応している。Ti₃Al ラメラの分布は比較的均質で

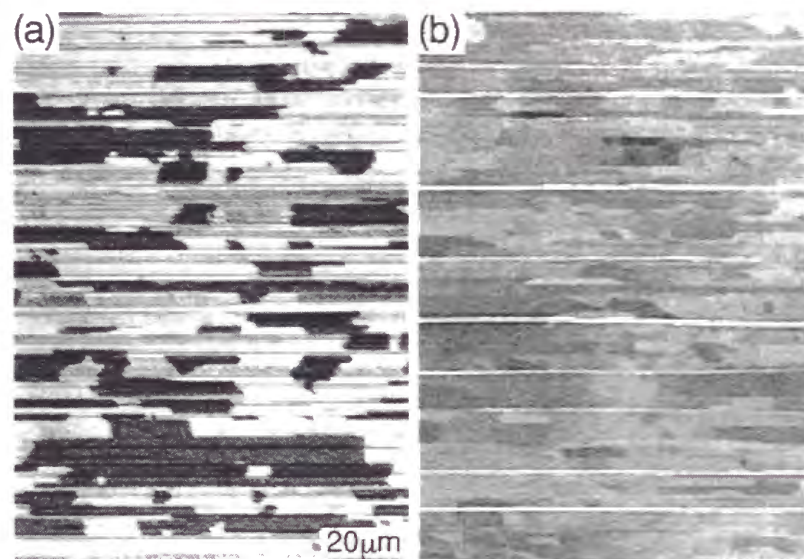


図 2.6 PST 結晶の層状組織 (a)光学顕微鏡による像、(b)走査電子顕微鏡の反射電子像。

表 2.4 TiAl ドメインの平均サイズおよび Ti₃Al ラメラの平均厚さと平均間隔。

TiAl		Ti ₃ Al	
ラメラ厚さ(μm)	ドメイン径(μm)	ラメラ厚さ(μm)	ラメラ間隔(μm)
0.67	28.53	0.63	16.23

あるが、その厚さに関してはあまり均質ではない。

これらの観察からラメラ厚さに関しては約 100 層程度のラメラの幅を、TiAl ドメイン径に関しては 50 個程度のドメインのサイズを計測し平均したものを表 2.4 に示す。

2.3.2. 応力-歪曲線と降伏応力の温度依存性

2.3.2.1. 圧縮試験における応力-歪曲線と降伏応力の温度依存性

グループ 1 の試料(A₁, B₁ 方位)および N 方位の試料を用いて、-196°C から 1100°C の温度範囲において圧縮試験し、変形挙動の温度依存性を調べた。図 2.7(a, b, c)に典型的な応力-歪曲線を示す。いずれも塑性歪約 10%まで圧縮した試料のものである。

層状組織境界と荷重軸が平行な A₁ 方位の試料では図 2.7(a)に示すように、-196°C から 700°C の温度域ではほぼ同様の滑らかな応力-歪曲線が得られ、非常に直線的な加工硬化を示す。これに対して 800°C では塑性歪 2～3%までは 700°C 以下と同様に直線的な加工硬化を示すが、歪量の増大に伴い加工硬化率がゆるやかに減少する傾向を示す。これは高歪領域において徐々に動的回復が起こりはじめていることを示唆する。1000°C 以上の高温で試験した場合の応力-歪曲線は低温の場合と大きく異なり、典型的な高温変形の様相を呈する。塑性歪 1%程度で応力のピークを迎えた後、緩やかに応力値が低下しており、変形の非常に初期の段階から動的な変形をしているものと考えられる。

層状組織境界と荷重軸が傾いている B₁ 方位においても 700°C 付近までの応力-歪曲線の傾向はいずれの温度においても同様であり、歪量の増大に伴い加工硬化率が増加する傾向を示す(図 2.7(b))。800°C では塑性歪 2～3%までは 700°C 以下のものと同様であるが、歪量 3%以上の領域では加工硬化率がやや減少する。1000°C で変形した場合の応力-歪曲線は低温のものと大きく異なり、変形初期から加工硬化率が歪量の増大に伴い徐々に低下す

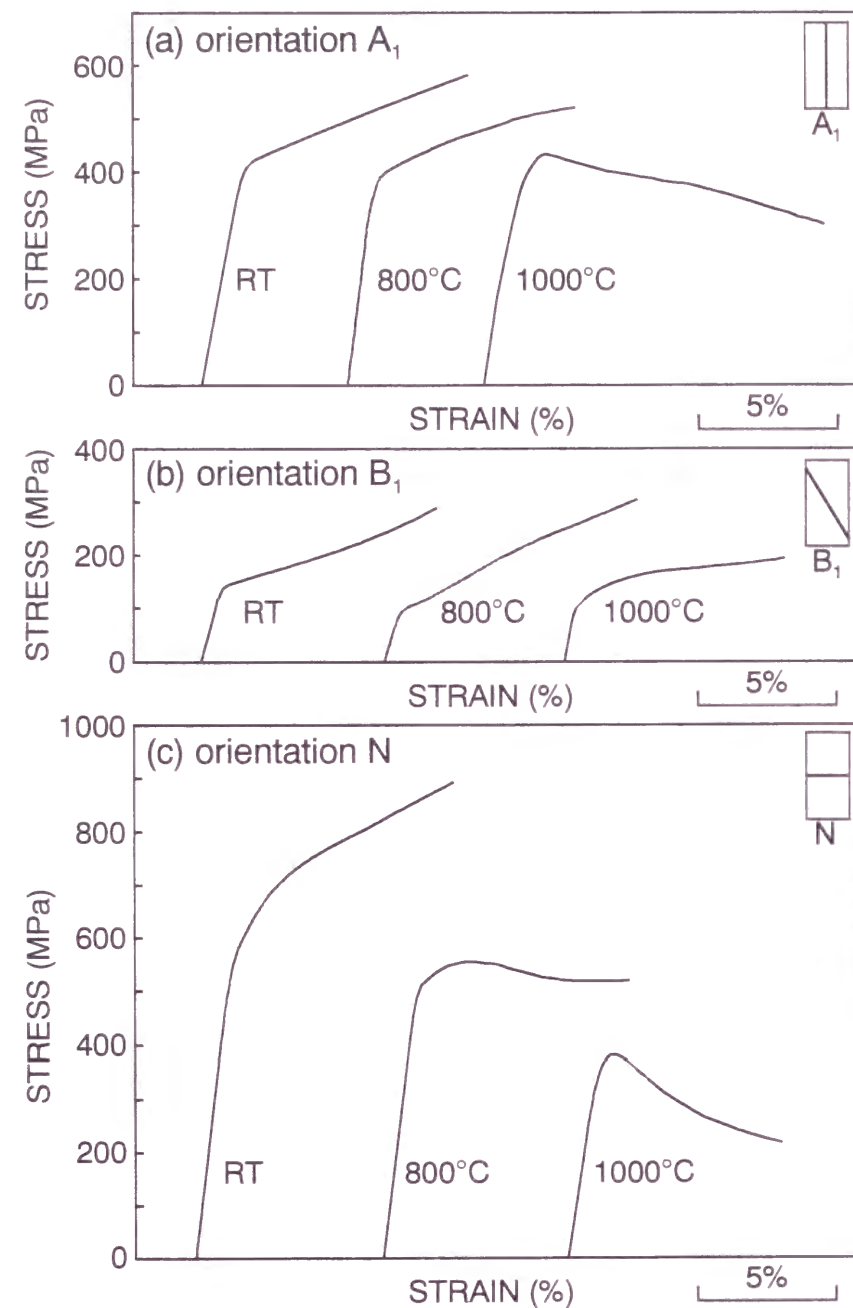


図 2.7 PST 結晶の圧縮変形における応力-歪曲線 (a) A_1 方位, (b) B_1 方位, (c) N 方位.

る. この方位の場合も 800°C の高歪領域および 1000°C での変形時には変形中に回復もしくは再結晶が起きていることが予想される.

層状組織境界と荷重軸が垂直である N 方位の場合, -196°C から 700°C までの温度域では同様の応力-歪曲線が得られる(図 2.7(c)). この場合は A_1 方位のものと同様に直線的な

加工硬化を示す. 800°C 以上で変形した場合の応力-歪曲線は低温のものと大きく異なる. 800°C では 1~2%の塑性歪のときに応力の値は最大値となり, その後わずかに応力が低下した後, ほぼ一定の値を取るようになる. 900°C 以上では降伏後すぐに応力が急激に低下し, その後塑性歪 10%程度まで応力が低下を続ける. 応力低下の割合は同一温度で変形した A_1 方位のものに比べて大きい. このことは A_1 方位よりも N 方位のほうが内部に蓄積する歪量が大きいことを示唆する.

得られた応力-歪曲線から 0.2%耐力を降伏応力として読み取り, 温度に対してプロットしたグラフを図 2.8 に示す. 降伏応力の値にはばらつきがあるため, 温度依存性の傾向に関しては一つの試料を様々な温度で連続的に変形することにより確認を行った. 降伏応力の温度依存性は, A_1 , B_1 , N 方位でそれぞれ異なる傾向を示す. 層状組織境界と荷重軸が平行な A_1 方位の降伏応力は 400°C 付近までは温度上昇に伴い低下し, その後わずかに上昇して 800°C 付近で弱いピークを示した後, 再び低下する. 層状組織境界と荷重軸が垂直な N 方位の降伏応力は-196°C から室温にかけて温度上昇に伴い急激に低下し, 室温から

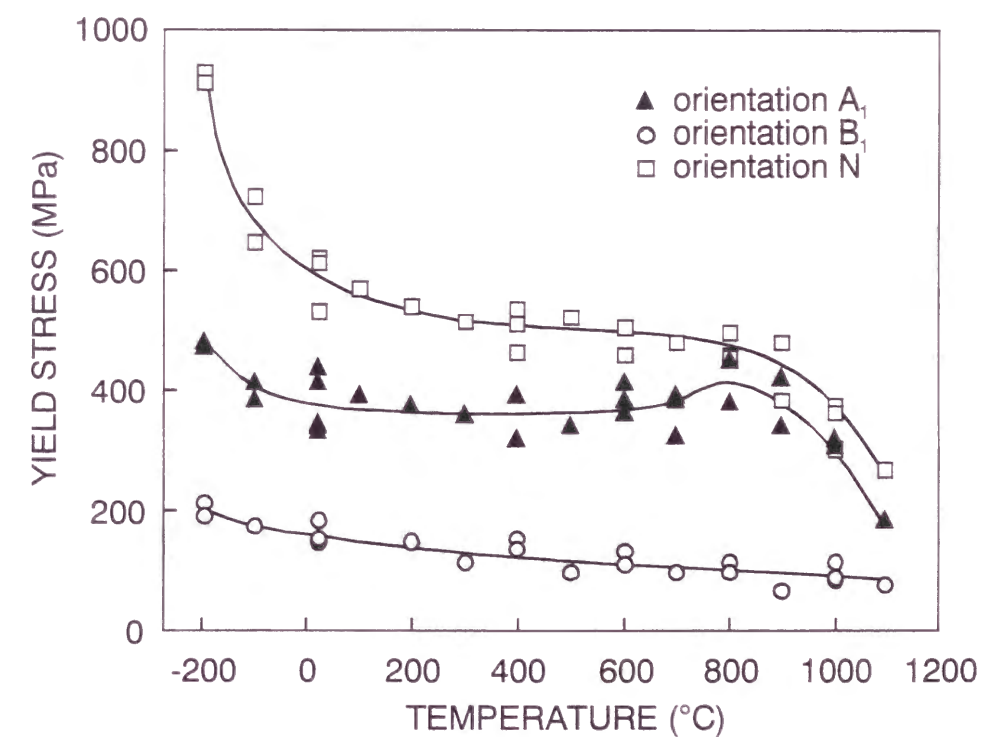


図 2.8 A_1 , B_1 , N 方位を有する PST 結晶の圧縮変形における降伏応力の温度依存性.

800°C 付近までゆるやかに低下した後、900°C 付近から再び急激に低下する。中間の方位である B_1 方位の降伏応力は全温度域で温度上昇とともに単調に低下する。

同一の温度で各方位の試料の降伏応力を比較した場合、いずれの温度においても層状組織境界と荷重軸のなす角度(ϕ)に大きく依存し、その傾向は全温度域で同様である。降伏応力は層状組織境界と荷重軸が垂直な N 方位($\phi = 90^\circ$)の場合に最も高くなり、次に平行な A_1 方位($\phi = 0^\circ$)において高い値を示す。これに対し、層状組織境界と荷重軸が傾いている B_1 方位($\phi = 31^\circ$)では他の 2 方位に比べて極端に低い値を取る。

2.3.2.2. 引張試験における応力-歪曲線と降伏応力、引張伸びの温度依存性

グループ 1 の試料(A_1 , B_1 方位)および N 方位の試料を用いて、-196°C から 1000°C の温度範囲において破断に至るまで引張試験を行い、変形挙動の温度依存性を調べた。N 方位の試料はいずれの試験温度においても引張伸びを示さず、弾性域において破断した。このため以下では A_1 方位ならびに B_1 方位の結果についてのみ示す。

図 2.9(a)に A_1 方位を有する PST 結晶の引張試験により得られた典型的な応力歪曲線を示す。-196°C で変形した場合、降伏後にわずかな応力低下がみられ、その後ほぼ直線的に加工硬化し、20%程度の引張伸びを示して破断する。室温から 600°C までは降伏直後の応力低下は見られず、非常に滑らかな応力-歪曲線が得られる。800°C で変形した場合、降伏後に応力低下が観察されるが、その後塑性歪約 30%まで定常変形をし、最後に急激な応力低下を伴って破断にいたる。1000°C では塑性歪約 5%付近から応力が低下し、そのまま破断にいたる。800°C および 1000°C で変形した試料を破断後に観察すると明瞭なネッキングが観察された。したがって 800°C の変形後期および 1000°C において観察された急激な応力低下はネッキングによる局所変形に対応していると考えられる。ネッキング部の組織観察の詳細については§2.3.8 で示す。

図 2.9(b, c)に B_1 方位の引張試験により得られた典型的な応力-歪曲線を示す。 B_1 方位の場合、-196°C から 600°C までの温度域では応力-歪曲線はほぼ同様の形状をとる。降伏応力は温度上昇とともに低下するが、加工硬化率に大きな差異は見られない。800°C では約 45%塑性変形したときに応力値が最大となり、その後変形応力が低下し破断にいたる。変形後期の急激な応力低下は、 A_1 方位の場合と同様に試料のネッキングによる局所変形

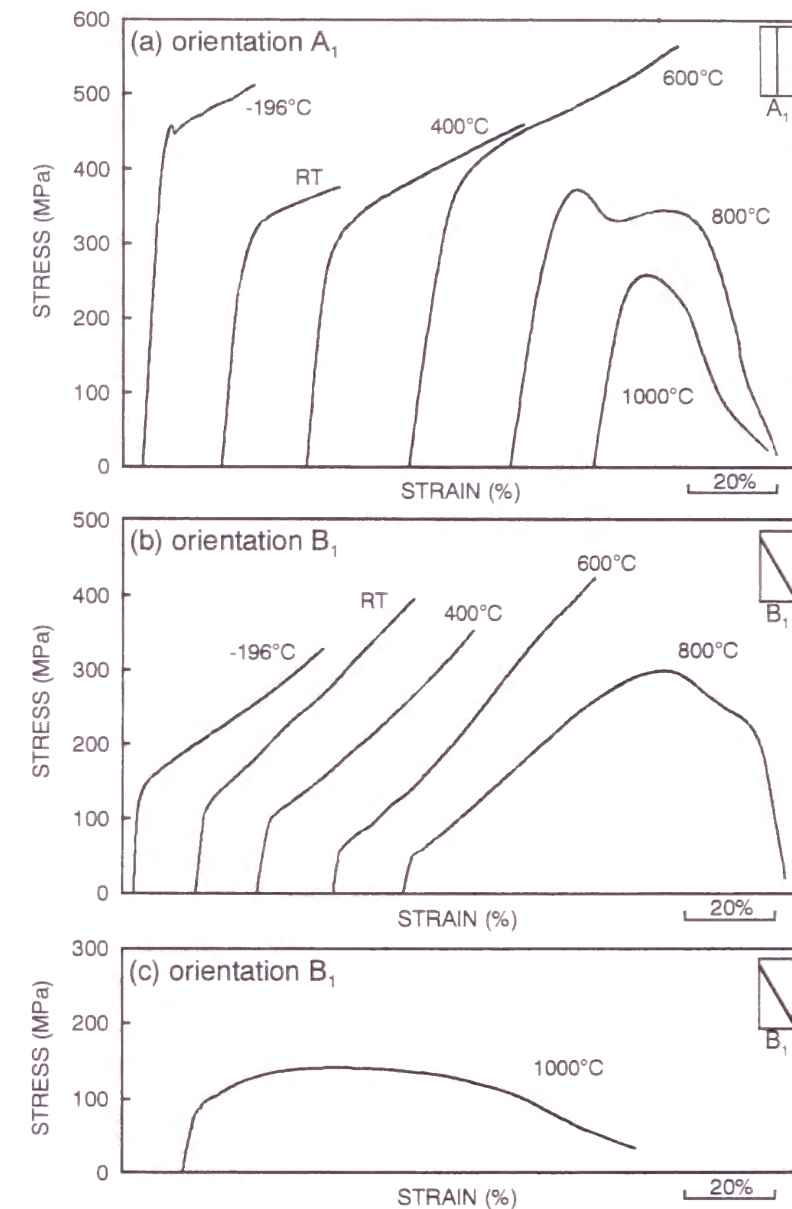


図 2.9 PST 結晶の引張変形における応力-歪曲線 (a) A_1 方位, (b, c) B_1 方位.

に起因している。ネッキングの詳細については§2.3.8 で詳述する。1000°C では 800°C 以下の場合と異なり、変形の初期段階から加工硬化率が歪量の増大とともに緩やかに減少する傾向を示す。したがって 1000°C における変形は低温のものと異なり、変形初期から動的な変形をしていることが予想される。

得られた応力-歪曲線から 0.2%耐力を降伏応力として読み取り、温度に対してプロット

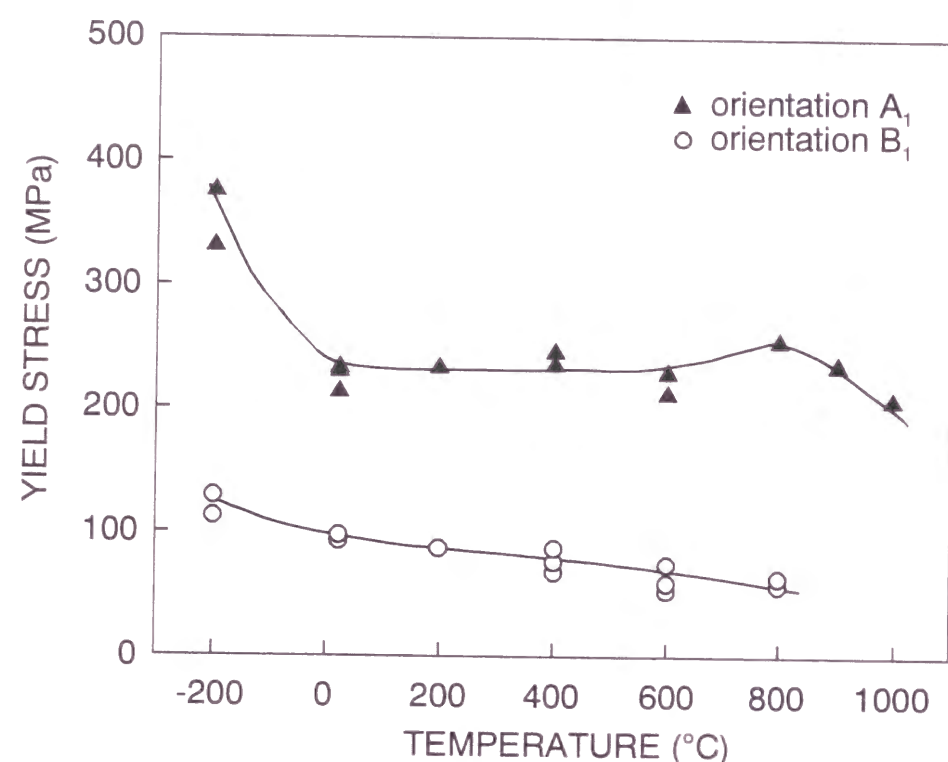


図 2.10 A₁, B₁ 方位を有する PST 結晶の引張変形における降伏応力の温度依存性.

したものを図 2.10 に示す. A₁ および B₁ 方位を持つ PST 結晶の引張変形における降伏応力の温度依存性は, 圧縮試験により得られたものと同様の傾向を示している. しかし降伏応力の値は圧縮のものよりも低い値を取る傾向にある. A₁ 方位の試料の引張変形時と圧縮変形時の応力-歪曲線を比較してみると, 引張変形の方では弾性領域が曖昧になる傾向にある. この原因の一つとして, 試料の形状とくにショルダー部の形状に起因して引張試験時においてはゲージ部のみならずショルダー部での変形を含んでいることが考えられる. ショルダー部がゲージ部よりも低い応力レベルで塑性変形をはじめたと考えると, 弾性域が不明瞭になっていることは説明できる. このことから引張試験時の降伏応力は本来の値よりもやや低めに評価されているという可能性が考えられる.

図 2.11 に破断伸びの温度依存性を示す. 図中には N 方位の PST 結晶ならびに多結晶粒からなるアークメルト材の破断伸びの温度依存性も示してある. 先にも述べたように N 方位はいずれの温度においても弾性域において破断をおこすため全く伸びを示さない. A₁ 方位, B₁ 方位の引張伸びの値は 200°C 付近までそれぞれほぼ一定の値を取り, 400°C 付

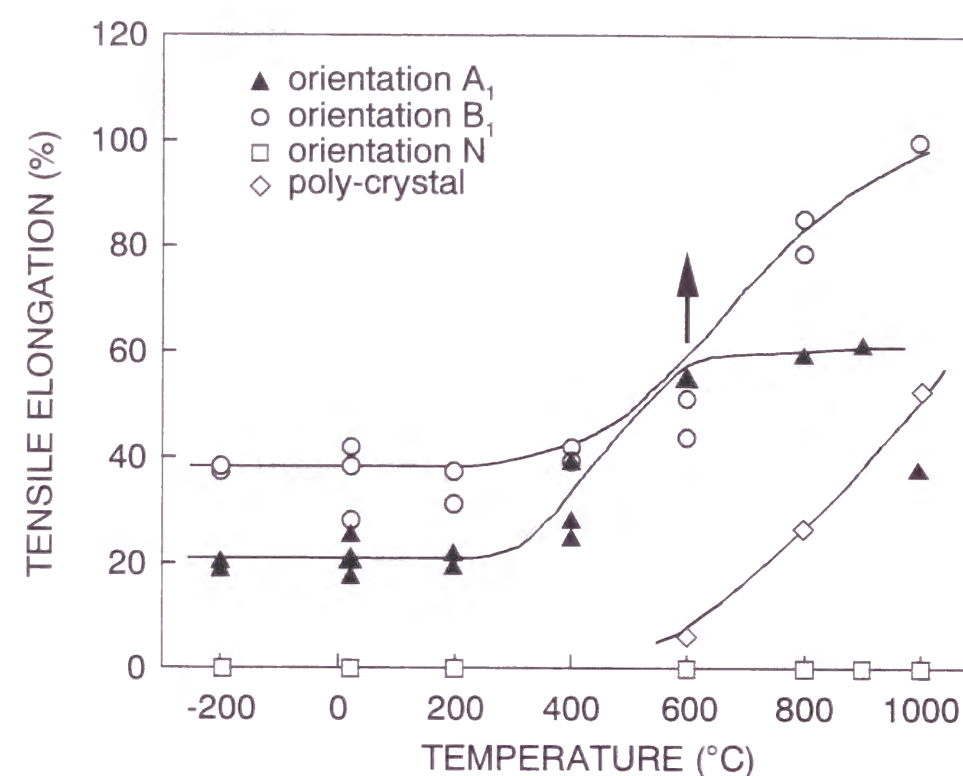


図 2.11 A₁, B₁, N 方位を有する PST 結晶の破断伸びの温度依存性.

近から増加しはじめる. 600°C で変形した試料は A₁ 方位, B₁ 方位のいずれのものもゲージ部で破断する前にショルダー部において破断していた. このことから 600°C における本質的な伸びの値は今回得られたものより大きいことが考えられる. 図中ではこの点を考慮して上向きの矢印を付している. 800°C 以上の温度域において A₁ 方位の伸びはほぼ 60% の値で一定となる. B₁ 方位の伸びは温度上昇とともに増加し続ける. このように A₁ 方位および B₁ 方位の PST 結晶の延性は 400~600°C 付近から増大しはじめる. この温度は図中に示す多結晶の TiAl/Ti₃Al 二相化合物の脆性-延性遷移温度(700~800°C)よりもかなり低い値となっている. このことは A₁ 方位, B₁ 方位を有する PST 結晶の延性が増大する機構と多結晶の脆性-延性遷移の機構が異なっていることを示唆している.

先にも述べたように, A₁, B₁ 方位を有する PST 結晶を 800°C 以上で変形した場合, ネッキングによる局所変形を伴った急激な応力低下が見られる. そこで一様伸びの温度変化を明らかにするため, 応力-歪曲線から一様伸びの値を読み取り, 温度に対してプロット

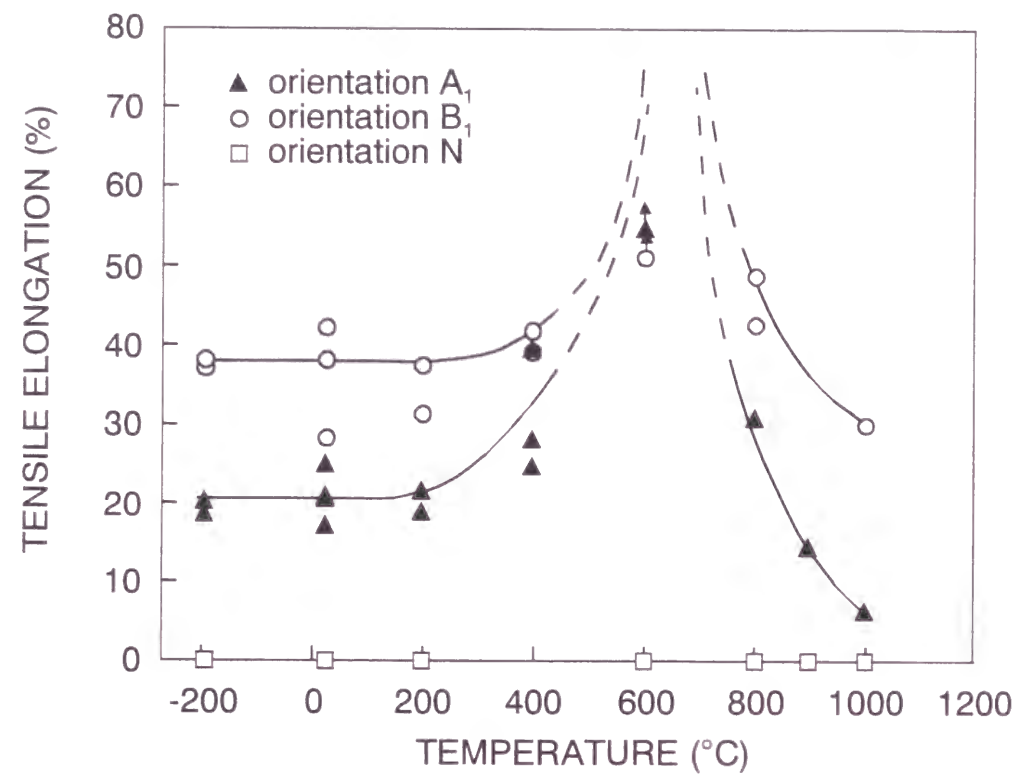


図 2.12 A_1 , B_1 , N 方位を有する PST 結晶の一樣伸びの温度依存性.

したもの図 2.12 に示す. A_1 , B_1 方位のいずれにおいても 600°C までは破断にいたるまで一樣に変形している. 一樣伸びの値は 400°C 付近から増大しはじめ, 600°C 付近まで温度上昇とともに増大する. 600°C で試験した試片はゲージ部で破断する前にショルダー部で破断しており, このことは本質的な引張伸びの値は今回得られた値よりも大きいことを示唆している. このような理由により, 図 2.12 中では 600°C 付近から引張伸びの値を点線で急激に上昇するように示している. これに対し 800°C 以上では温度上昇に伴ってネッキングの効果が大きくなり一樣伸びの値は低下する. 高温域における一樣伸びの低下の割合は B_1 方位に比較して A_1 方位のほうが著しく大きい.

2.3.3. 圧縮変形組織の光学顕微鏡観察

図 2.13(a-i)に塑性歪約 2%まで圧縮変形を行った A_1 , B_1 , N 方位を有する PST 結晶の試料表面の光学顕微鏡観察結果を示す. 1000°C 以上の高温では表面が酸化していたため, 表面観察は行うことができなかったため, ここでは変形温度が -196°C, 室温, 800°C であ

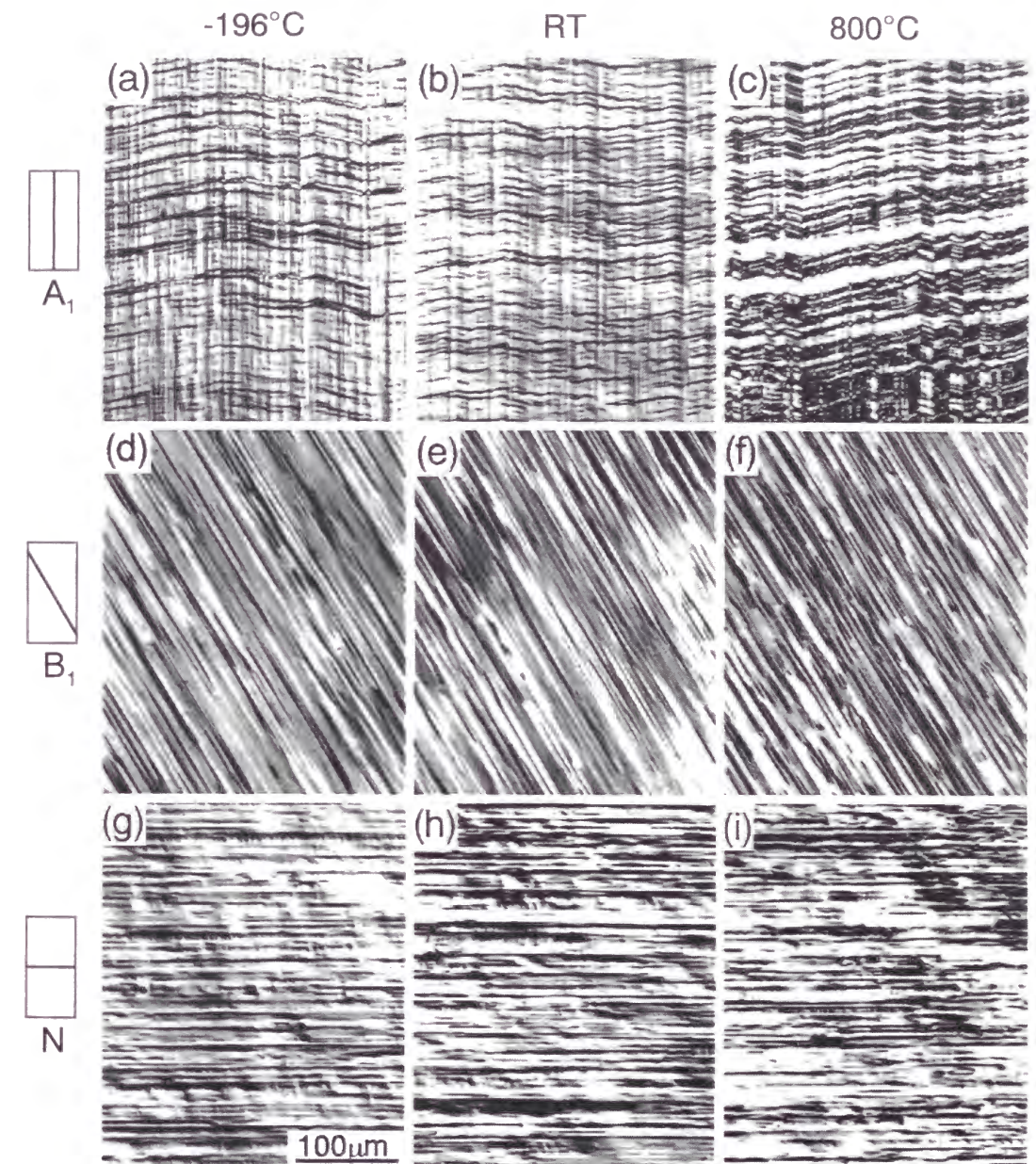


図 2.13 PST 結晶の圧縮変形組織 (a-c) A_1 方位, (d-f) B_1 方位, (g-i)N 方位..

る試料の観察結果のみ示してある. いずれも層状組織境界面に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面の変形組織である. いずれの方位の試料に関しても, -196°C から 900°C の温度範囲においては, その変形組織は光学顕微鏡の尺度では温度に依存せず同様の組織が観察された. 荷重軸と層状組織境界が傾いている B_1 方位ではせん断変形は層状組織境界面に平行な(111)面で起こる. これに対し, 荷重軸が層状組織と平行な A_1 方位, 垂直な N 方位ではせん断変形は

層状組織境界と交差する $\{111\}$ 面で起こる。A₁ 方位と N 方位ではせん断変形が起こる面は同種のものであるが、変形の伝播の挙動は大きく異なっている。A₁ 方位ではすべり線が層状組織境界を横切って長く連続しているのに対し、N 方位でのすべり線は非常に短く、層状組織境界に挟まれた狭い領域に限定されている。

変形双晶に対応する痕跡のみを調べるため、変形後の試料表面に対して機械研磨、電解研磨を施した後、弗化水素酸：過酸化水素水：純水 = 1：5：10 の混合液を用いて約 5 秒間のエッチングを行った。すべり変形が起こっている部分の結晶方位は元の結晶と同一であるため、エッチングを行っても変形の痕跡は観察されないのに対し変形双晶が活動した領域は元の結晶の方位と異なるため、エッチングの挙動に差が現れる。このような性質を利用すれば変形双晶の痕跡のみを観察することができる。図 2.14(a - f)は室温または 1000°C において塑性歪約 2%まで変形した A₁, B₁, N 方位の試料の $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面の組織を示し

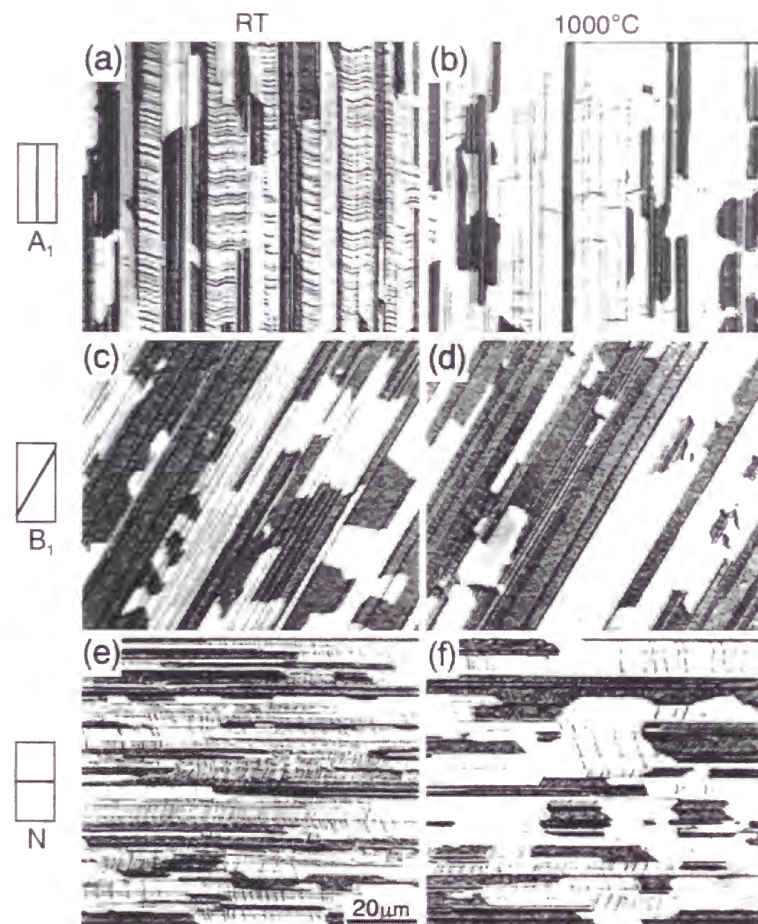


図 2.14 PST 結晶の圧縮変形組織 (a-c)A₁ 方位, (d-f)B₁ 方位, (g-i)N 方位.

たものである。図中では§2.3.1.で述べたようにエッチングによりドメインの種類も区別できる。暗い領域は面法線が $[\bar{1}\bar{1}2]$ すなわちバリエント I に、明るい領域はバリエント II または III である。A₁ 方位ではいずれの温度においても明るい領域、すなわちバリエント II または III に対応する領域において変形双晶の痕跡が見られる。N 方位ではすべてのドメインにおいて変形双晶の痕跡が見られる。いずれの方位に関しても 800°C 以下の温度域では高密度で変形双晶の痕跡が観察されるのに対し、1000°C 付近では痕跡の密度が大きく減少していることがわかる。このことは 1000°C 付近では変形双晶の活動する割合が、少なくとも塑性歪約 2%程度では大きく減少していることを示している。

2.3.4. TiAl ドメインの変形組織の透過電子顕微鏡観察

2.3.4.1. A₁ 方位の圧縮変形組織

(a) 800°C 以下の温度域における変形組織

図 2.15 に室温で変形した A₁ 方位の PST 結晶の典型的な組織を示す。薄膜は層状組織界面に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行に切り出したものである。図中には各ドメインの種類も示してある。光学顕微鏡観察のところでも示したようにバリエント II, III に対応する TiAl ドメインでは変形双晶が活動しているのに対し、バリエント I に対応するドメインにおいては変形双晶は活動せず、転位の活動のみにより変形していることが確認できる。

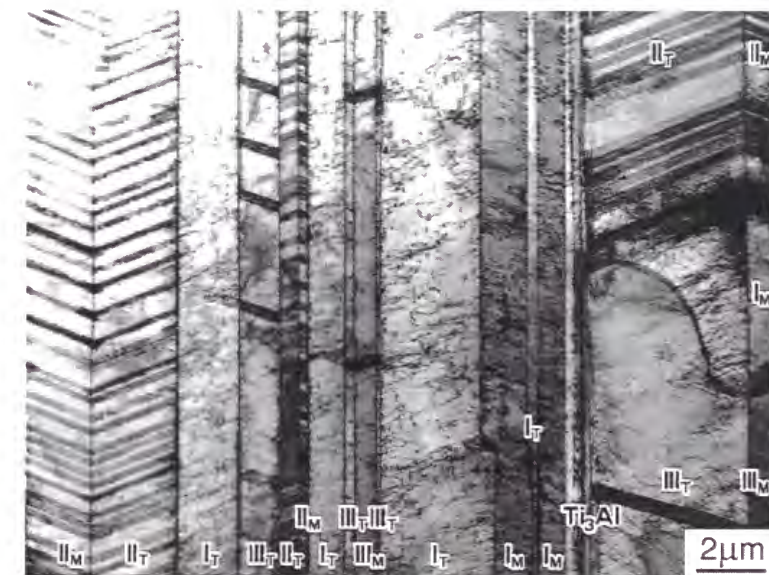


図 2.15 A₁ 方位を有する PST 結晶の室温圧縮変形組織.

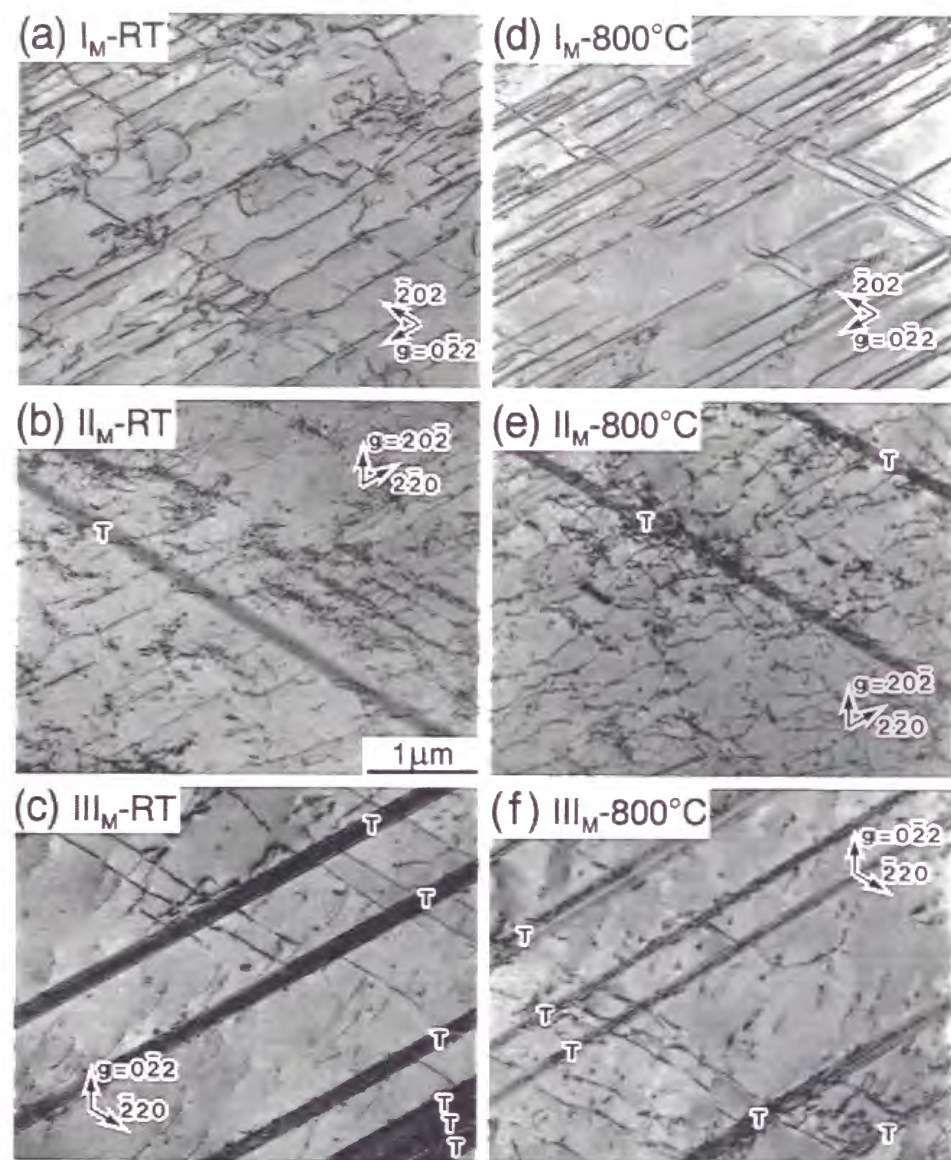


図 2.16 圧縮変形した A_1 方位の PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a-c)室温, (d-f)800°C.

図 2.16(a - f)に室温と 800°C で変形した試料中のバリエント I_M , II_M , III_M に対応する TiAl ドメインの変形組織を示す. 以下では各 TiAl のバリエントはドメイン I_M のように表すことにする. 薄膜は層状組織境界面に平行に切り出したものを用いている. 観察した転位のバーガス・ベクトルおよび双晶系は次のようにまとめられる.

- (1) ドメイン I_M : $\mathbf{b} = [0\bar{1}1]$, $[\bar{1}01]$ の超格子転位.
- (2) ドメイン II_M : $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$, $1/2[110]$ の普通転位.
- (3) ドメイン III_M : $(1\bar{1}1)[1\bar{1}\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$, $1/2[110]$ の普通転位.

ドメイン I_T , II_T , III_T で活動する転位, 双晶系はそれぞれドメイン I_M , III_M , II_M 中で活動するものと同じものである. またドメイン II , III 中で活動する変形モードは, 指数まで区別に入れなければ同じものである. 800°C 以下の温度域では活動する転位および双晶系に大きな違いは見られない.

ドメイン II_M および III_M では 1 種類の変形双晶とバーガス・ベクトルが異なる 2 種類の普通転位が活動する. 図 2.16(b, c, e, f)中では $[\bar{1}10]$ 方向に長く伸びているものが $1/2[\bar{1}10]$ 普通転位に対応し, 比較的短いものが $1/2[110]$ 普通転位に対応している. どちらの普通転位もほぼせん方向に配向する傾向にある.

ドメイン I_M で活動する 2 種類の超格子転位もまたそれぞれのらせん方向である $[0\bar{1}1]$ 方向, $[\bar{1}01]$ 方向に配向する傾向にある. この傾向は温度上昇とともに顕著となり, 図 2.16(d) に示すように 800°C で最も顕著となる. また低温, 特に室温以下で変形した試料中のドメイン I_M では図 2.17(a)に示すように多数の積層欠陥のコントラストが観察される. これらの積層欠陥は図 2.17(b, c)に示すように $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位の刃状成分を含む領域から分解して生成しているところがしばしば観察される. このことからいずれの積層欠陥も $\langle 0\bar{1}1 \rangle$

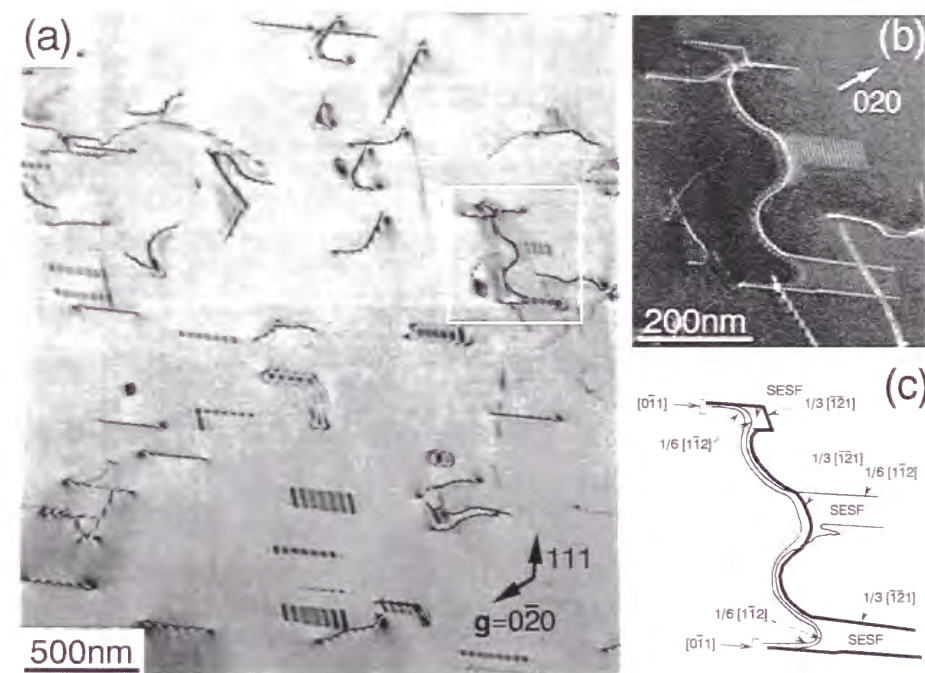


図 2.17 -100°Cで圧縮変形した A_1 方位の PST 結晶中のドメイン I_T で観察される faulted dipole.

超格子転位からの分解により形成されているものと考えられるため、先に示したまとめの中では特に明記していない。これらの積層欠陥は TiAl 単相化合物中でしばしば観察される faulted dipole と同様のものである(Shechtman, Blackburn and Lipsitt 1975, Hug, Loiseau and Lasalmonie 1986, Zhang, Xu, Chen and Li 1992, Inkson and Humphreys 1995, Viguer and Hemker 1996)。本章では活動する変形モードを明らかにすることを第一の目的としているので、転位の詳細な分解反応については取り扱わないことにする。

表 2.2 に示すようにドメイン I_M ではシュミット因子が等しい超格子転位が 4 種類存在している。しかし観察したものは 4 種類のうちそのすべり方向が層状組織境界面に平行であるもののみであった。ドメイン II_M , III_M ではシュミット因子が等しい 2 種類の普通転位と、2 種類の超格子転位が存在しているが、このうちの普通転位のみが観察された。さらにこれらのドメインではシュミット因子の等しい双晶系がそれぞれ 2 種類存在しているが、観察されたのはそのうちの 1 種類のみであった。このような結果から各 TiAl ドメインでいずれの変形モードが活動するかについては、それぞれの変形モードに対するシュミット因子の大きさ、変形モードの相対的な容易さの違いの観点だけからは単純に理解することができないことが示唆される。この原因については§2.4.2.において歪の適合性の観点から考察する。

(b)1000°C における変形組織

図 2.18 に 1000°C で変形した試料の典型的な組織を示す。図 2.14(a, d)に示した光学顕微鏡による観察結果と同様に、図 2.15 に示した室温変形時の組織と比較して、明らかに 1000°C では変形双晶の活動する割合が減少しているのがわかる。図 2.19(a, b)にドメイン I_M 、図 2.19(c, d)にドメイン II_M の変形組織を示す。図 2.19(a, c)の観察には層状組織境界に平行な薄膜を、図 2.19(b, d)の観察には層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行な薄膜を用いている。観察した転位のバーガース・ベクトルおよび双晶系は次のようにまとめられる。

- (1) ドメイン I_M : $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$, $1/2[110]$ の普通転位, $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}\bar{2}]$, $1/2[\bar{1}1\bar{2}]$ の超格子転位, $\mathbf{b} = [001]$ の完全転位。
- (2) ドメイン II_M : $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$, $1/2[110]$ の普通転位, $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}1\bar{2}]$ の超格子転位, $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$ 変形双晶。

- (3) ドメイン III_M : $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$, $1/2[110]$ の普通転位, $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}\bar{2}]$ の超格子転位, $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$ 変形双晶。



図 2.18 1000°C で圧縮変形した A_1 方位の PST 結晶の変形組織..

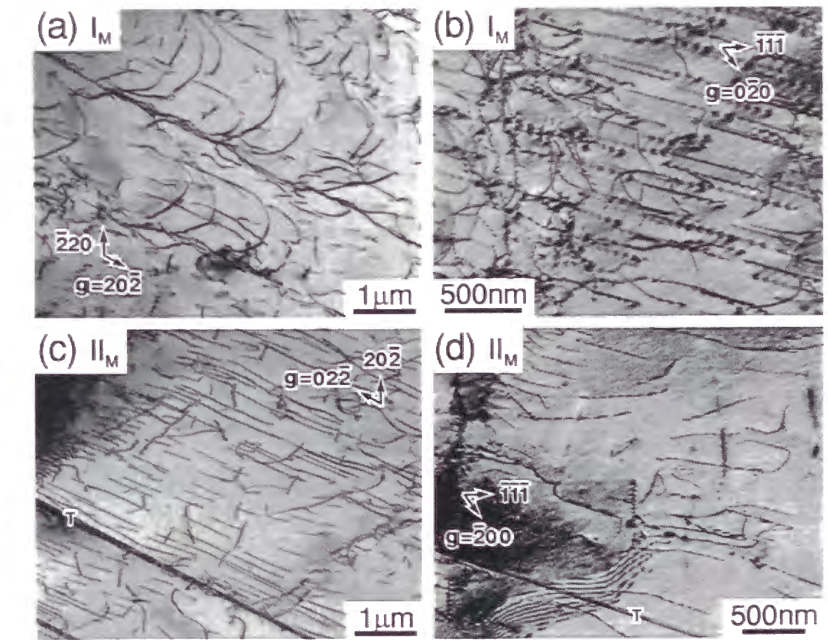


図 2.19 1000°C で圧縮変形した A_1 方位の PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a,b)ドメイン I_M , (c,d)ドメイン II_M : (a,c)は層状組織に平行な薄膜, (b,d)は垂直な薄膜を使用した。

ドメイン I_T , II_T , III_T で活動する転位, 双晶系はそれぞれドメイン I_M , III_M , II_M 中で活動するものと同じである. 1000°C での変形組織はいずれのドメインにおいても図 2.16 に示した室温, 800°C での変形組織とは大きく異なっている.

ドメイン II_M では低温で見られたものと同じタイプの変形双晶が活動するがその割合は低温に比較して非常に小さい. また非常に多くの普通転位が観察されるがその配向方向は低温のものと異なり, 60° 転位など刃状成分を含むものが多く観察されるようになる. これらの普通転位は図 2.19(d)に示すようにしばしば sub-boundary を形成している. また普通転位以外に $1/2[\bar{1}12]$ 超格子転位も観察された. この超格子転位のバーガース・ベクトルは, 同じドメイン内で活動している変形双晶のせん断方向と平行なものであった.

図 2.20 にドメイン I_M の変形組織のコントラスト解析の結果を示す. 図 2.20 中の A, B, C, D, E で示すように 5 種類の転位が観察された. C と記した転位は反射ベクトル $g = 111$ (図 2.20(e)), $g = \bar{2}\bar{2}0$ (図 2.20(f)) の条件においてそのコントラストを失っているのでバーガ

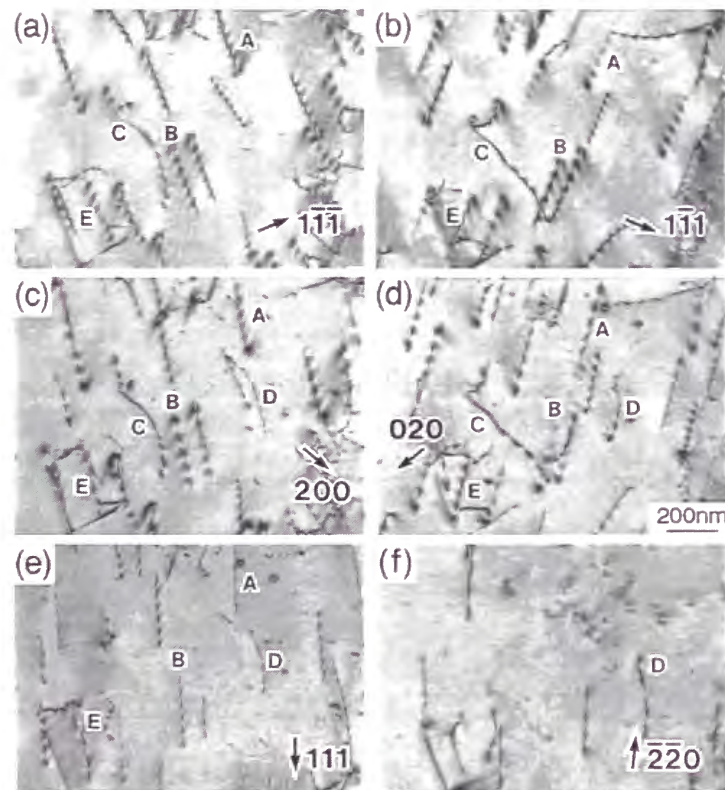


図 2.20 1000°C で圧縮変形した A_1 方位の PST 結晶中のドメイン I_M で観察される転位のコントラスト解析.

ース・ベクトルが $1/2[\bar{1}10]$ である普通転位であることがわかる. また図中で D で表した転位は $g = 1\bar{1}\bar{1}$ (図 2.20(a)), $g = 1\bar{1}1$ (図 2.20(b)) の条件においてそのコントラストを失っている. パーガース・ベクトルが $1/2[110]$ である普通転位である. これらの普通転位はいずれの方向にも配向していない. 図中で A, B, E と記したタイプの転位は $g = \bar{2}\bar{2}0$ (図 2.20(f)) の条件においてそのコントラストを失っているが, それ以外の反射条件では非常にあいまいなコントラストを示すため, コントラスト解析のみからではバーガース・ベクトルは同定できなかった. そこで像計算により得られる像と実験像を比較することによりバーガース・ベクトルの同定を行った. パーガース・ベクトルの候補としては $g = \bar{2}\bar{2}0$ (図 2.20(f)) の条件においてコントラストを失うことを考慮すると, $1/2[1\bar{1}\bar{2}]$, $1/2[1\bar{1}2]$, $1/2[1\bar{1}0]$, $[001]$ が考えられる. このうち $1/2[1\bar{1}0]$ に関しては, コントラスト解析によりすでに同定を行っているため候補から外した. これらの転位の像を $g = 1\bar{1}\bar{1}$, $g = 200$ について計算を行ったもののうち, 転位 A, B に関する結果を図 2.21 に示す. 実験的に得られる像と比較した結果, A で示した転位は $1/2[1\bar{1}\bar{2}]$ 超格子転位, B は $[001]$ 完全転位であることがわかった. また同様にして転位 E は $1/2[1\bar{1}2]$ 超格子転位であることがわかった. いずれの転位も 800°C 以下では観察されなかったものである. これらの転位のほとんどは転位線方向が $[110]$ 方向に配向する傾向にあり, いずれの転位も刃状転位であることがわかる. また $1/2[110]$ 普通転位および $[001]$ 完全転位はシュミット因子がゼロである転位であった. 1000°C という試験温度も考慮に入れると, これらの転位の上昇運動することにより変形に寄与しているものと考えられる.

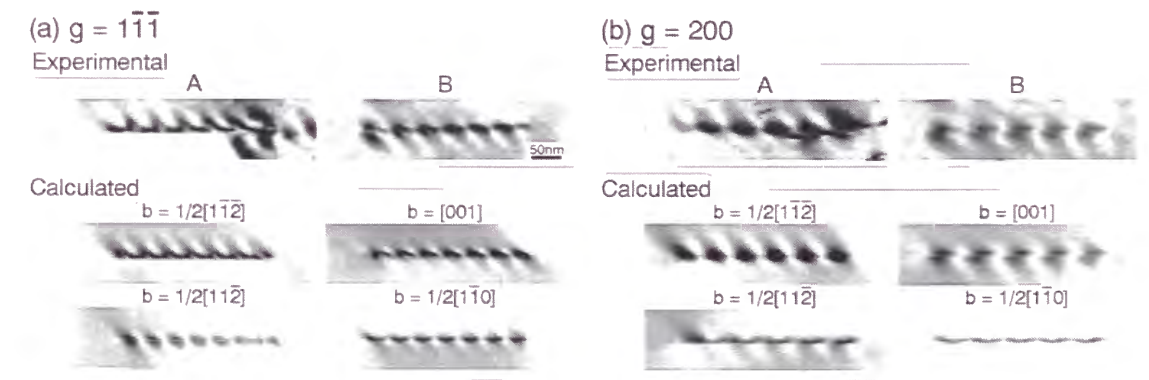


図 2.21 1000°C で変形した A_1 方位の PST 結晶中のドメイン I_M で観察される転位の実験像と計算像の比較.

2.3.4.2. A₁ 方位の引張変形組織

引張試験片中の TiAl ドメインで活動する変形モードを同定するため、塑性歪約 2%まで変形した試料から電子顕微鏡観察用の薄膜を作製し、変形組織の観察を行った。以下に観察結果のまとめを示す。

- (1) ドメイン I_M: $(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$, $(1\bar{1}\bar{1})[1\bar{1}\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位。
- (1) ドメイン II_M: $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$, $1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位, $\mathbf{b} = [0\bar{1}1]$, $1/2[1\bar{1}2]$, $[0\bar{1}\bar{1}]$, $1/2[1\bar{1}\bar{2}]$ の超格子転位。
- (2) ドメイン III_M: $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$, $1/2[\bar{1}10]$ の普通転位, $\mathbf{b} = [\bar{1}01]$, $1/2[\bar{1}12]$, $[\bar{1}0\bar{1}]$, $1/2[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ の超格子転位。

ドメイン I_T, II_T, III_T で活動する転位、双晶系はそれぞれドメイン I_M, III_M, II_M 中で活動するものと同じである。またドメイン II, III 中で活動する変形モードは、種類にだけ着目すれば本質的に同じものである。

図 2.22(a, b)にドメイン I_M と III_M の典型的な変形組織を示す。観察には層状組織境界面に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行に切り出した薄膜を用いている。図 2.22(a)に示すようにドメイ

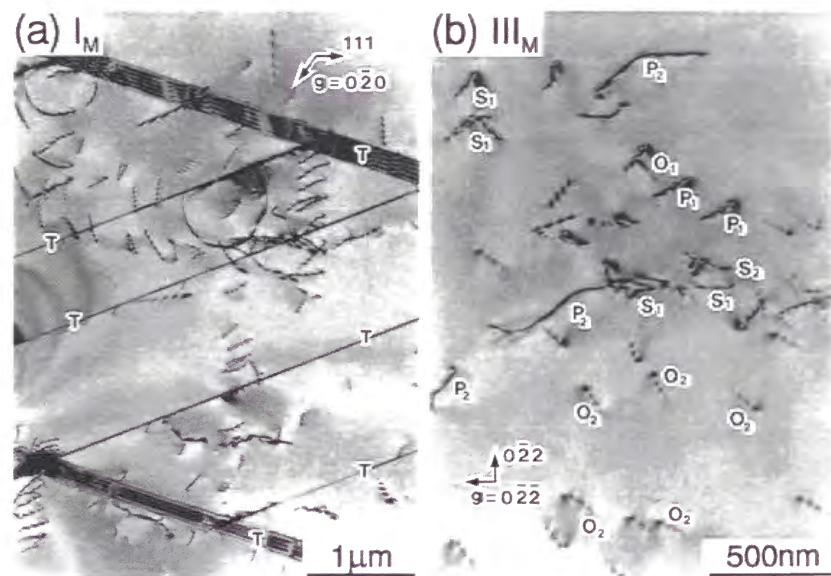


図 2.22 室温で引張変形した A₁ 方位の PST 結晶の変形組織
(a)ドメイン I_M, (b)ドメイン III_M.

ン I_M では 2 種類の双晶系と $1/2[1\bar{1}0]$ 普通転位が活動する。これらの転位の転位線方向をトレース解析により決定したところ、大部分のものは $[110]$ 方向であった。このことからこれらの普通転位は (001) 面上の転位であることがわかる。ドメイン I_M では、荷重軸方位が $[\bar{1}10]$ 方向であるので、いかなる $\langle 110 \rangle$ すべりに対してもシュミット因子がゼロである。したがって、これらの普通転位はドメイン全体の変形には寄与していないと考えられる。このような双晶の交切部からの普通転位の発生は、単相の TiAl 相においてしばしば観察されており、これらの転位は交切部に生じた歪を緩和するために生じたものと考えられている。本研究において観察された普通転位も同様の機構により生じたものと考えられる。

2.3.4.3. A₂ 方位の圧縮変形組織

図 2.23(a–f)に A₂ 方位を有する試料中のドメイン I_M, II_M, III_M の室温変形組織を示す。図 2.23(a, c, e)の観察には層状組織境界に平行な薄膜を、図 2.23(b, d, f)の観察には層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行な薄膜を用いている。観察された転位のバーガース・ベクトルおよび変形双晶は次のようにまとめられる。

- (1) ドメイン I_M: $(1\bar{1}1)[1\bar{1}\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[110]$ の普通転位。
- (2) ドメイン II_M: $\mathbf{b} = [0\bar{1}1]$, $1/2[1\bar{1}2]$ の超格子転位, $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$ の普通転位。
- (3) ドメイン III_M: $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$ の普通転位。

ドメイン I_T, II_T, III_T で観察された転位のバーガース・ベクトルおよび双晶系はそれぞれドメイン I_M, II_M, III_M で観察されたものと層状組織境界面について鏡面对称にあるものであった。ドメイン I_M では $(1\bar{1}0)$ 面に対して対称な 2 種の双晶系 $(1\bar{1}1)[1\bar{1}\bar{2}]$ と $(\bar{1}11)[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ が存在しているが、前者のみが主として活動しているのが観察された。ドメイン II_M では主として $[0\bar{1}1]$ 超格子転位が活動する。 $[0\bar{1}1]$ 超格子転位に加えて、少量の $1/2[\bar{1}10]$ 普通転位, $1/2[1\bar{1}2]$ 超格子転位も観察された。これらの転位は $[0\bar{1}1]$ 超格子転位の decomposition により形成されたものと考えられる。またドメイン II_M では A₁ 方位の試料中のドメイン I_M と同様の faulted dipole が観察される。これらに関しても $[0\bar{1}1]$ 超格子転位から分解して生じているものと考えられるため、まとめには特に記してはいない。

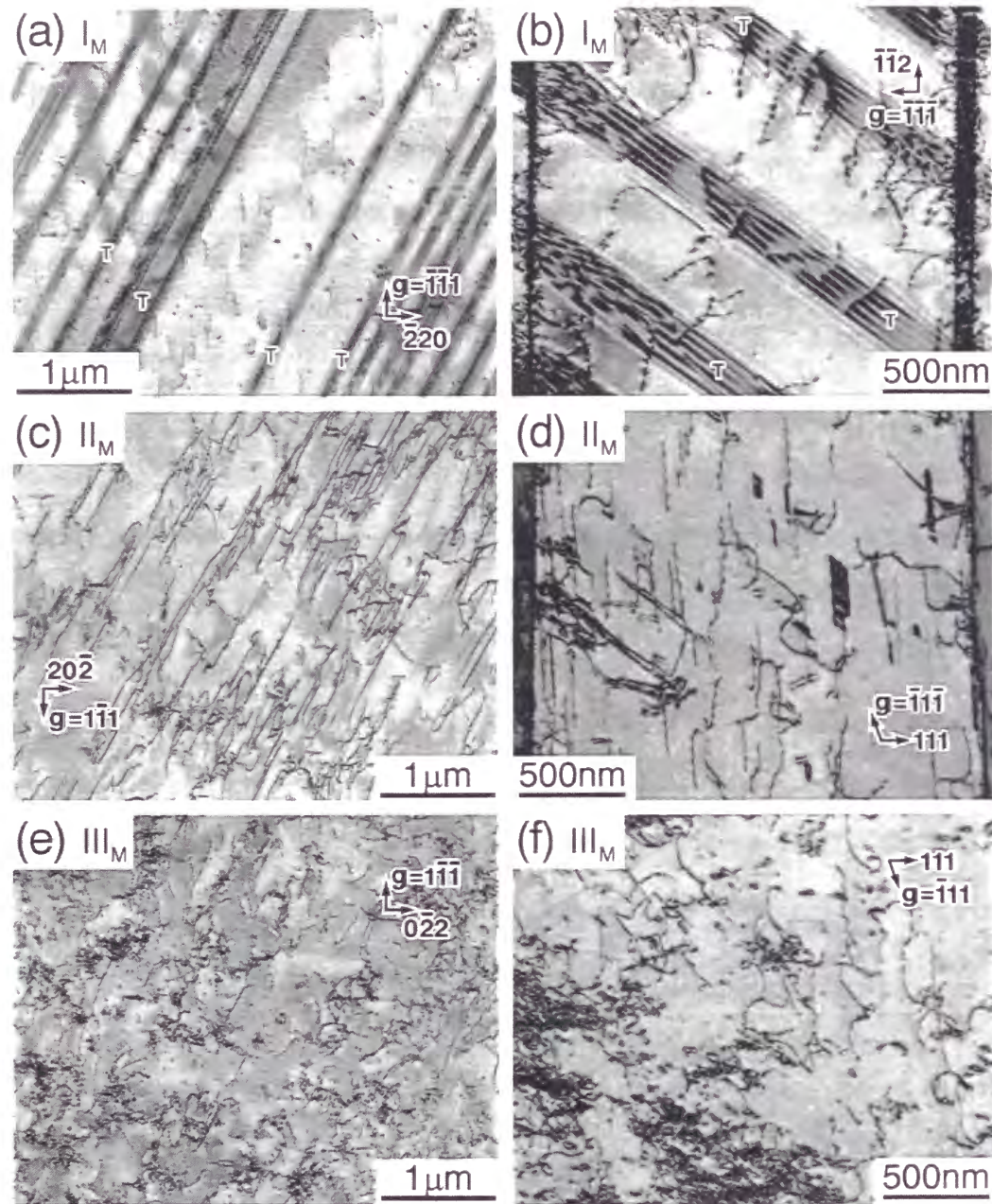


図 2.23 室温で圧縮変形した A_2 方位の PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a,b)ドメイン I_M , (c,d)ドメイン II_M , (e,f)ドメイン III_M : (a,c,e)は層状組織境界に平行な薄膜を, (b,d,f)は層状組織境界に垂直な薄膜を用いている。

2.3.4.4. A_2 方位の引張変形組織

A_2 方位を有する PST 結晶を塑性歪約 2%まで引張変形した試料から電子顕微鏡観察用の薄膜を作製し, 変形組織の観察を行った。観察された転位のバーガース・ベクトルおよび双晶系は次のようにまとめられる。

- (1) ドメイン I_M : $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}0]$ の普通転位, $\mathbf{b} = [0\bar{1}1]$, $1/2[1\bar{1}2]$, $[\bar{1}01]$, $1/2[\bar{1}12]$ の超格子転位。
- (2) ドメイン II_M : $(\bar{1}11)[\bar{1}1\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[110]$, $1/2[\bar{1}10]$ の普通転位。
- (3) ドメイン III_M : $(1\bar{1}1)[1\bar{1}\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[110]$, $1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位。

ドメイン I_T , II_T , III_T で活動する転位および双晶系は, それぞれドメイン I_M , III_M , II_M 中で活動するものと同じである。またドメイン II , III 中で活動する変形モードは, 種類だけで判断すれば同じものとなっている。

図 2.24(a, b)にドメイン I_M と III_T の典型的な変形組織を示す。観察には層状組織境界面に垂直な $\{1\bar{1}0\}$ 面に平行に切り出した薄膜を用いている。

ドメイン II および III で観察される普通転位は $[110]$ 方向に配向するものと $[1\bar{1}0]$ 方向に配向するものの 2 種類に分類される。図 2.24(b)中において o_1 と記してあるタイプの転位

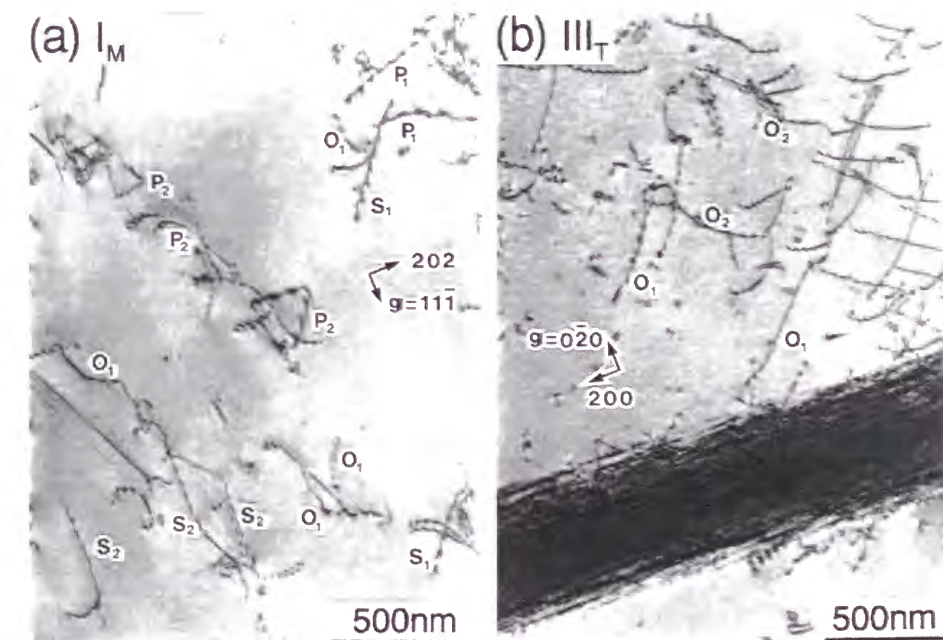


図 2.24 室温で引張変形した A_2 方位を有する PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a,b)ドメイン I_M , (c,d)ドメイン III_T 。

が前者に対応し、そのバーガス・ベクトルは $1/2[110]$ である。後者は図 2.24(b)中では o_2 で示しており、バーガス・ベクトルは $1/2[\bar{1}10]$ である。このように普通転位はいずれもらせん方向に配向する傾向にある。

ドメイン I では 5 種類の異なるバーガス・ベクトルを持つ転位が活動する。図 2.24(a) 中で o_1 , s_1 , s_2 , p_1 , p_2 と記してある転位は、それぞれバーガス・ベクトルが $1/2[\bar{1}\bar{1}0]$, $[0\bar{1}1]$, $1/2[1\bar{1}2]$, $[\bar{1}01]$, $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ の転位である。図 2.25 にドメイン I_T 中の転位組織の weak beam 観察の結果を示す。図 2.25 中で o_1 , s_1 , p_1 と記してある転位は、それぞれバーガス・ベクトルが $1/2[\bar{1}\bar{1}0]$, $[0\bar{1}1]$, $1/2[1\bar{1}2]$ の転位である。図から明らかなように、 $1/2[1\bar{1}2]$ 超格子転位は $[0\bar{1}1]$ 超格子転位の decomposition により形成されている。このタイプの decomposition は次のように表される (Greenberg 1973, Hug et al. 1986, Hug, Loiseau and Veyssiere 1988, Hall and Huang 1989)。

$$[0\bar{1}1] \rightarrow 1/2[1\bar{1}2] + 1/2[\bar{1}\bar{1}0] \quad (1).$$

$1/2\langle 112 \rangle$ 超格子転位は引張変形した A_1 方位の試料中のドメイン II および III, 圧縮変形した A_2 方位の試料中のドメイン II_M および II_T において同様に観察されているが、これらについても $\langle 011 \rangle$ 超格子転位の decomposition により形成されているものと考えられる。



図 2.25 室温で引張変形した A_2 方位の PST 結晶中のドメイン I_T で観察される $\langle 011 \rangle$ 超格子転位の decomposition.

2.3.4.5. B_1 方位の圧縮変形組織

(a) 800°C 以下の温度域における変形組織

図 2.26(a - f)に室温と 800°C で変形した B_1 方位を有する試料中のドメイン I_M , II_M , III_M の変形組織を示す。観察には層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行に切り出した薄膜を用いている。いずれの温度に関しても観察される変形モードは同じであり、転位のバーガス・ベクトルおよび双晶系は次のようにまとめられる。

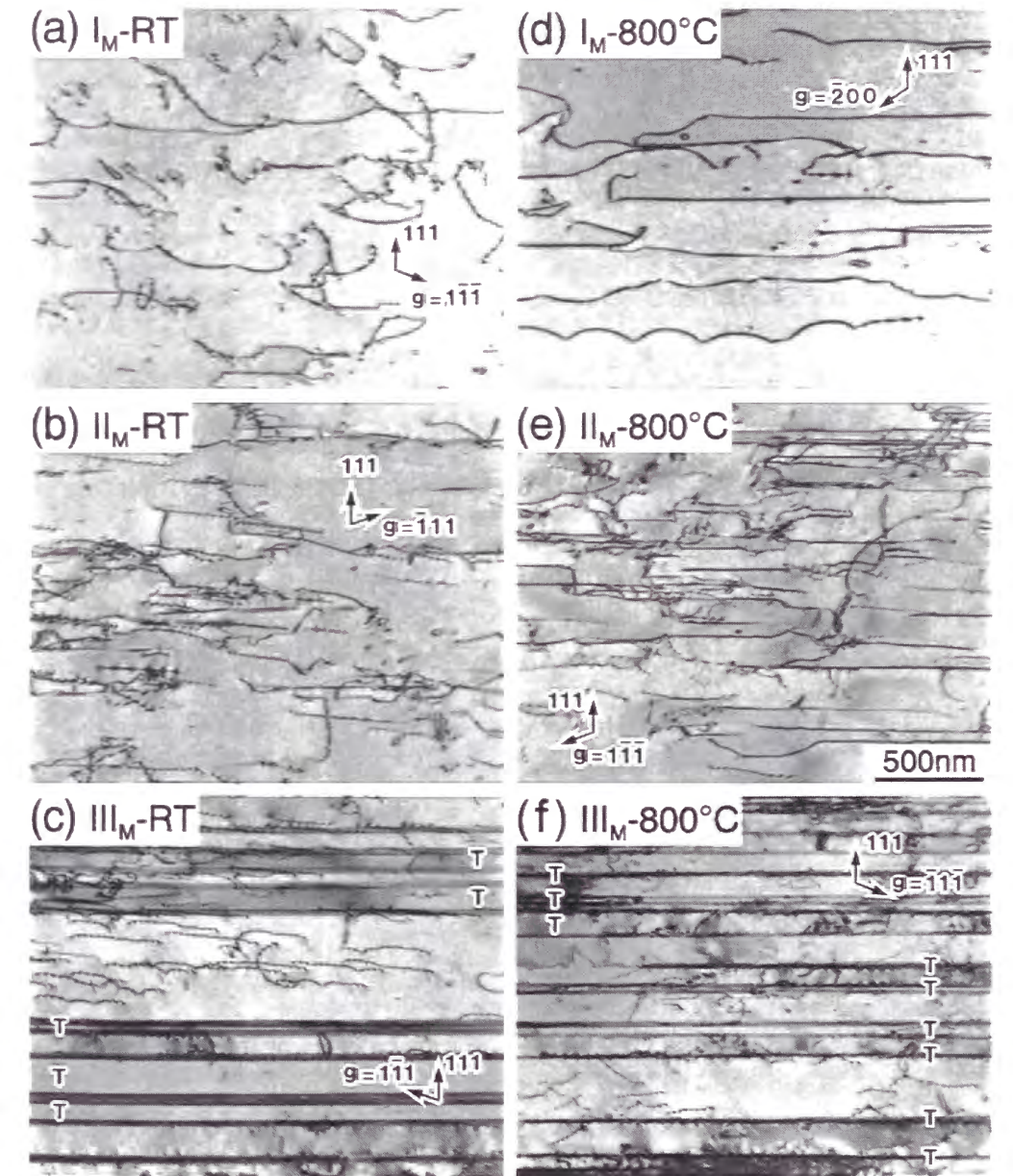


図 2.26 圧縮変形した B_1 方位を有する PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a-c)室温, (d-f) 800°C .

- (1) ドメイン I_M : $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位.
- (2) ドメイン II_M : $\mathbf{b} = [\bar{1}01]$ の超格子転位.
- (3) ドメイン III_M : $(111)[11\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位.

ドメイン I_T , II_T , III_T で活動する転位, 双晶系はそれぞれドメイン I_M , III_M , II_M 中で活動するものと同じものである. また 800°C 以下の温度域では, 各ドメインで活動する転位および双晶系は変形温度に関してほとんど変化を示さない.

ドメイン I_M では普通転位のみが活動する. すべり面は光学顕微鏡観察の結果から予想されるとおり, 層状組織境界面に平行な (111) 面である. このすべり系はドメイン I_M の中で活動可能な変形モードのうちシュミット因子が最大のものであった(表 2.2 参照). 室温, 600°C および 800°C で変形した試料からすべり面に平行に切り出した薄膜を用いて観察を行った結果を図 2.27(a – c)に示す. 図から明らかなように室温および 600°C では転位はほぼらせん方向に配向する傾向にあるが, ところどころ転位線上に pinning point が存在している. Pinning point は温度の上昇とともに増大する傾向にある. Pinning point の近傍には転位ループも観察され, その量, 大きさも温度上昇とともに増大する. このような傾向は単相の TiAl 相中で活動する普通転位に関しても同様に観察されており, pinning point は cross slip により形成され则认为られている. 800°C では cross-slip の度合いが大きくなり, らせん方向への配向が曖昧なものとなっている.

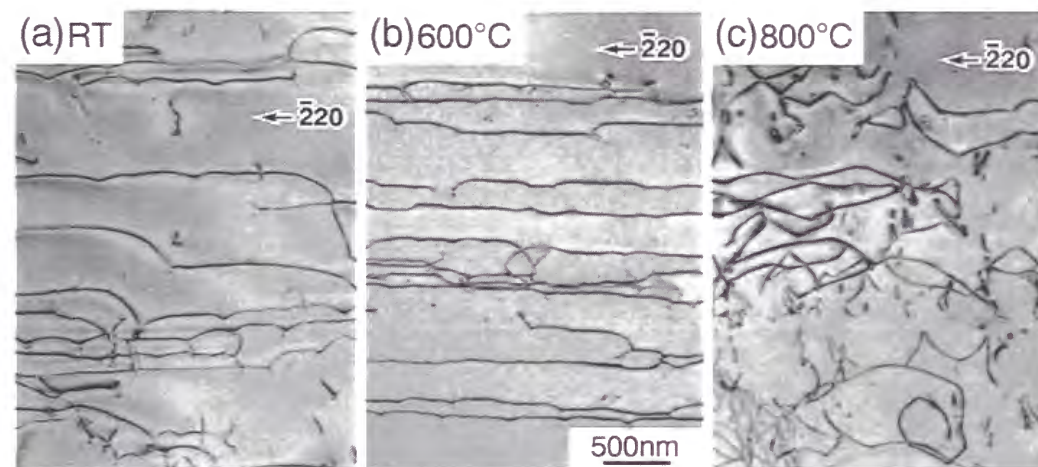


図 2.27 圧縮変形した B_1 方位の PST 結晶中のドメイン I_M で活動する普通転位 (a)室温, (b) 600°C , (c) 800°C .

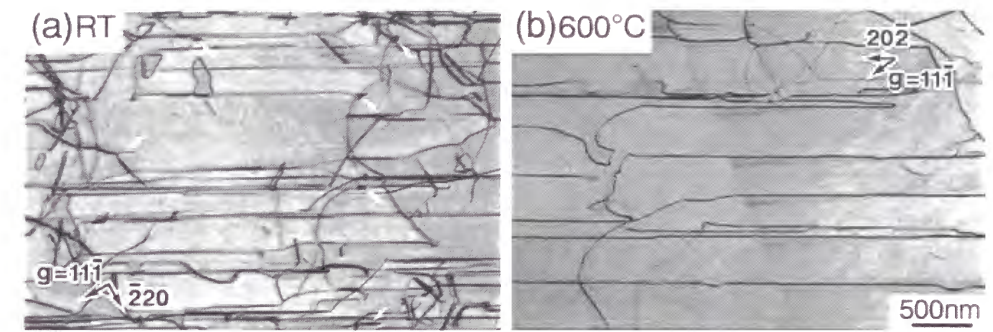


図 2.28 圧縮変形した B_1 方位の PST 結晶中のドメイン II_M で活動する $[\bar{1}01]$ 超格子転位 (a)室温, (b) 600°C .

ドメイン II_M では $[\bar{1}01]$ 超格子転位が観察された. この超格子転位はドメイン II_M においてシュミット因子が最大のものであった(表 2.2 参照). これまでの研究(Inui et al. 1992)では, 塑性歪量が 1%程度ではドメイン II_M は変形していないことが報告されていたが, 本研究により歪量が増大すれば $[\bar{1}01]$ 超格子転位が活動可能であることが明らかとなった. 図 2.28 に室温および 600°C で変形した試料中のドメイン II_M の変形組織を示す. これらの観察はすべり面に平行に切り出した薄膜を用いて行った. 図から明らかなように, $[\bar{1}01]$ 超格子転位はほぼらせん方向に配向する傾向を示す. 室温で変形した試料中では図中の矢印で示すような刃状成分を含むところで, faulted dipole が形成されているのが観察された. このような faulted dipole は, 圧縮変形した A_1 方位のドメイン I の場合と同様に, 室温以下の温度域で頻繁に観察される.

ドメイン III_M では主として変形双晶が活動する. このドメインにおける最大のシュミット因子を持つ変形モードは, ドメイン II_M の場合と同じタイプの $[01\bar{1}]$ 超格子転位であるが, 実際にはこのタイプの超格子転位は活動せず, 変形双晶が活動する. これはこのドメインでのみ圧縮変形時に変形双晶が活動可能であることと, 変形双晶が TiAl 相中でもっとも容易に活動する変形モードであることに起因していると考えられる. またこのドメインでは変形双晶だけでなく普通転位の活動も観察された. ドメイン III_M での普通転位と同じシュミット因子を持っている普通転位がドメイン II_M 中にも存在しているのだが, ドメイン II_M では普通転位は観察されなかった. このことは各ドメインにおいてどのタイプの変形モードが選択されるかは, シュミット因子や各変形モードの容易さの違いといった要素からは単純に理解できないことを意味している.

(b) 1000°C における変形組織

図 2.29(a, b, c)に 1000°C で変形した試料中の各ドメインの典型的な変形組織を示す。変形組織の観察には層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行に切り出した薄膜を用いている。観察した転位のバーガース・ベクトルおよび双晶系は次のようにまとめられる。

- (1) ドメイン I_M : $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$, $1/2[110]$ の普通転位。
- (2) ドメイン II_M : $\mathbf{b} = 1/2[110]$, $1/2[\bar{1}10]$ の普通転位, $\mathbf{b} = [\bar{1}01]$, $1/2[\bar{1}12]$, $1/2[\bar{1}1\bar{2}]$ の超格子転位, $[001]$ 完全転位。
- (3) ドメイン III_M : $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$, $1/2[110]$ の普通転位, $(1\bar{1}1)[11\bar{2}]$ 変形双晶。

ドメイン I_T , II_T , III_T で活動する転位, 双晶系はそれぞれドメイン I_M , III_M , II_M 中で活動するものと同じである。1000°C での変形組織は図 2.26 に示した室温, 800°C での変形組織とは大きく異なっており, いずれのドメインにおいても普通転位が主として活動する。普通転位はもはや優先的な配向方向を持たず, 特に純粹にらせん方向に配向した部分はほとんど観察されない。ドメイン I_M およびドメイン II_M ではこれらの普通転位が sub-boundary を形成する傾向にある。ドメイン II_M では非常に少量の超格子転位や $[001]$ 完全転位も観察される。ドメイン III_M においては低温と同様に変形双晶が活動しているが, その割合は低温のものに比べて圧倒的に小さい。

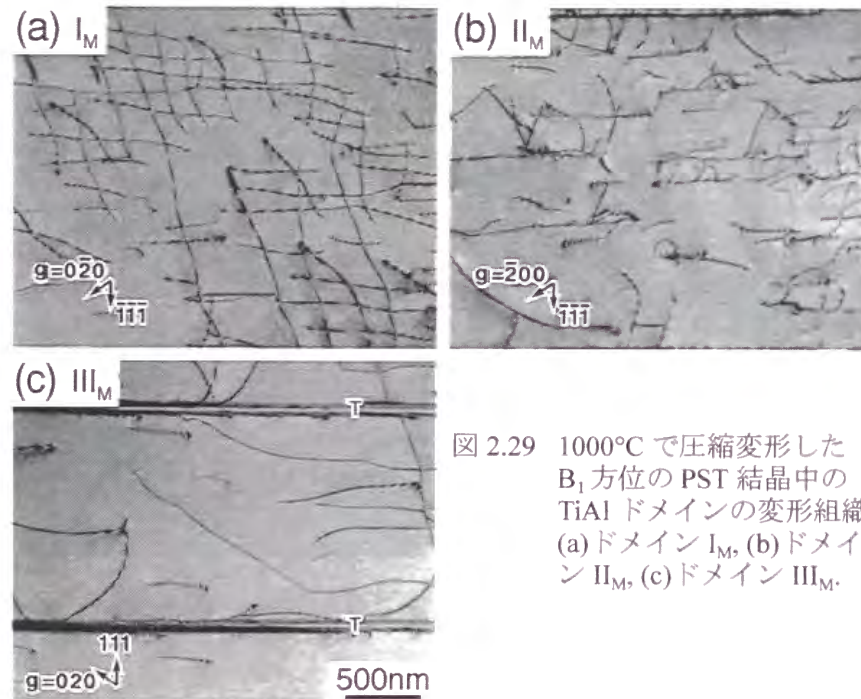


図 2.29 1000°C で圧縮変形した B_1 方位の PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a)ドメイン I_M , (b)ドメイン II_M , (c)ドメイン III_M 。

2.3.4.6. B_2 方位の圧縮変形組織

図 2.30(a - d)に室温で圧縮変形した B_2 方位の試料中のドメイン I_M , I_T , II_T , III_M の変形組織を示す。観察には層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行に切り出した薄膜を用いている。各 TiAl ドメインで活動する転位のバーガース・ベクトルおよび双晶系は次のようにまとめられる。

- (1) ドメイン I_M : $(111)[11\bar{2}]$ 変形双晶。
- (2) ドメイン I_T : $\mathbf{b} = [0\bar{1}1]$, $[\bar{1}01]$, $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ の超格子転位, $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位。
- (3) ドメイン II_M : $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位, $\mathbf{b} = [0\bar{1}1]$, $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ の超格子転位。
- (4) ドメイン II_T : $(111)[11\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[1\bar{1}0]$ の普通転位。
- (5) ドメイン III_M : $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$ の普通転位, $\mathbf{b} = [\bar{1}01]$, $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ の超格子転位。
- (6) ドメイン III_T : $(111)[11\bar{2}]$ 変形双晶および $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}10]$ の普通転位。

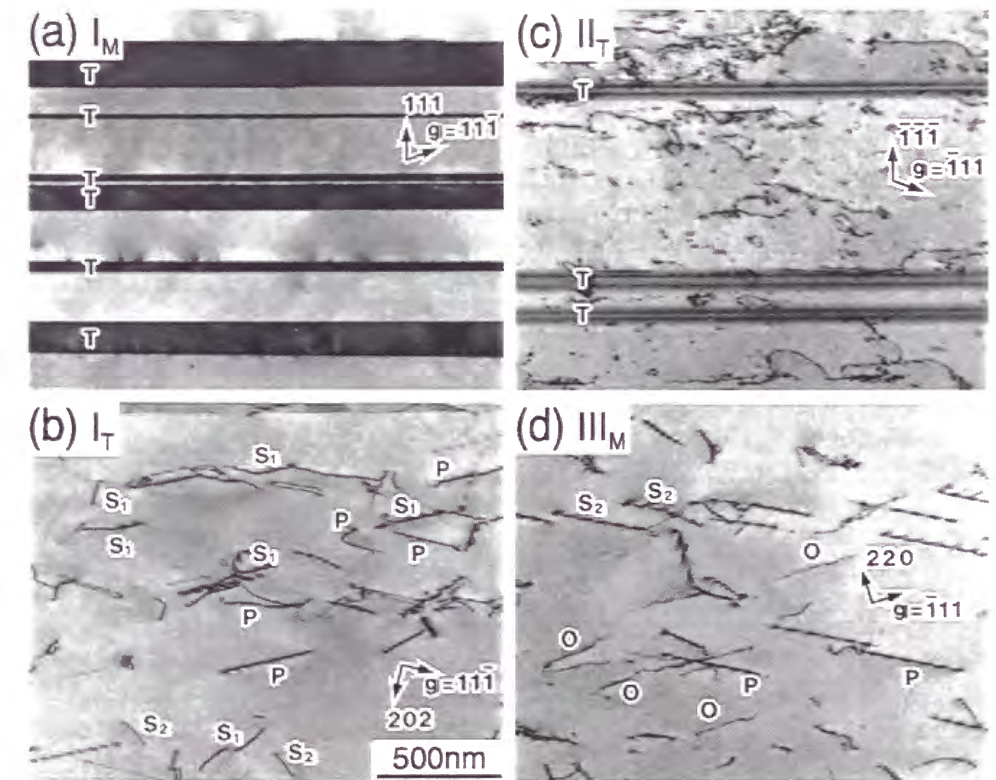


図 2.30 室温で圧縮変形した B_2 方位の PST 結晶中の TiAl ドメインの変形組織 (a)ドメイン I_M , (b)ドメイン I_T , (c)ドメイン II_T , (d)ドメイン III_M 。

6 種類のドメインはそれぞれ異なる変形モードで変形する。ただし、変形モードの種類だけに着目すればドメイン II_M とドメイン III_M では同じ種類の変形モードが活動する。同様のことがドメイン II_T とドメイン III_T についても言える。ドメイン I_M は変形双晶のみにより変形する。変形双晶は図中では T で示してある。ドメイン I_T では 3 種類の超格子転位と 1 種類の普通転位が観察された。図 2.30(b)に示すドメイン I_T の変形組織は、反射ベクトル $\mathbf{g} = 11\bar{1}$ の条件で撮影したため、 $1/2[1\bar{1}0]$ 普通転位はそのコントラストを失っている。図中では 3 種の超格子転位の一部を $\mathbf{S}_1(\mathbf{b} = [0\bar{1}1])$, $\mathbf{S}_2(\mathbf{b} = [\bar{1}01])$, $\mathbf{P}(\mathbf{b} = 1/2[\bar{1}\bar{1}2])$ で表している。このドメインでは、シュミット因子が最大(0.445)である $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ 超格子転位のみならず、 $[0\bar{1}1]$, $[\bar{1}01]$ 超格子転位(シュミット因子: 0.386)や普通転位(シュミット因子: 0)も観察されている。特にシュミット因子がゼロである普通転位が観察されたことを考慮すると、 $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ 超格子転位は A_2 方位の引張変形組織などで見られたものと同様に $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位からの decomposition により生じたものであると考えられる。またドメイン III_M においても $1/2[\bar{1}\bar{1}2]$ 超格子転位が観察されるが、これらも同様に $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位からの decomposition により生じたものと考えられる。

2.3.4.7. N 方位の圧縮変形組織

(a)800°C 以下の温度域における変形組織

図 2.31(a, b, c)に-196°C、室温および 800°C で圧縮変形した N 方位の PST 結晶の変形組織を示す。観察に用いた薄膜はいずれも層状組織境界に垂直な $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面に平行に切り出したものである。N 方位では 6 種類の TiAl ドメインすべてについて荷重軸が層状組織境界面に垂直な $[111]$ 方向となっている。このためすべてのドメインについて活動可能なすべり系、双晶系が等しくなる。実際、観察される変形モードはすべてのドメインで本質的に同じであった。室温から 800°C の温度域では図 2.31(b, c)から明らかなようにいずれのドメインにおいても変形双晶が活動する。これらは $(\bar{1}11)[\bar{1}\bar{1}2]$ および $(1\bar{1}1)[1\bar{1}2]$ 変形双晶であった。さらに各ドメインでは転位の活動も見られる。コントラスト解析の結果、活動している転位はバーガースベクトルが $1/2[110]$ の普通転位であることがわかった。室温から 800°C の温度域では温度によらず同様の変形組織が観察された。これに対し室温以下の温度域では変形双晶の割合が少ないドメインが見られるようになり、それらのドメ

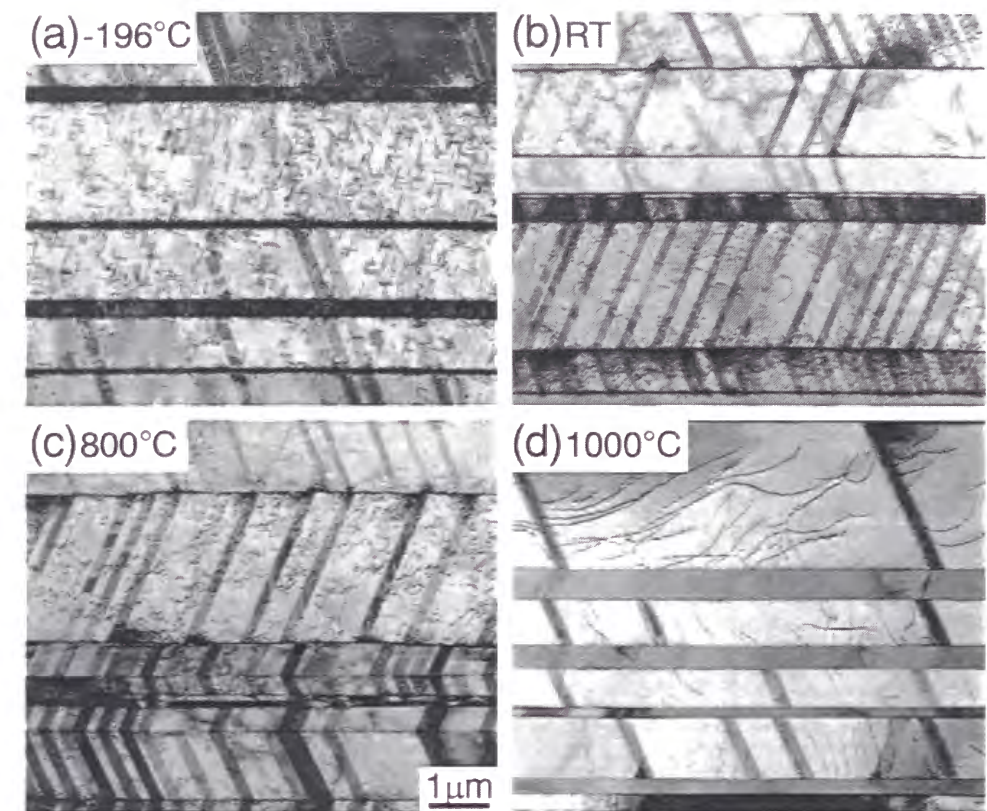


図 2.31 N 方位を有する PST 結晶の圧縮変形組織 (a)-196°C, (b)室温, (c)800°C, (d)1000°C.

インでは転位や積層欠陥が多数観察される。図 2.32(a - f)に-196°C で変形した試料中のドメイン II_T の変形組織を示す。反射ベクトル \mathbf{g} が 131 (図 2.32(e))および 220 (図 2.32(f))において強いコントラストを示している転位は $\mathbf{g} = 1\bar{1}1$ (図 2.32(c))および $\mathbf{g} = \bar{1}1\bar{3}$ (図 2.32(d))の条件ではコントラストを失うことから、バーガース・ベクトルが $1/2[110]$ の普通転位であることがわかる。また $\mathbf{g} = 1\bar{1}1$ (図 2.32(c))および $\mathbf{g} = \bar{1}1\bar{3}$ (図 2.32(d))において強いコントラストを示している転位は $\mathbf{g} = 131$ (図 2.32(e))および 220 (図 2.32(f))の条件でコントラストを失うことから、 $1/2[\bar{1}12]$ 超格子転位であることがわかる。N 方位ではいずれのドメインに関しても活動可能な $1/2\langle 112 \rangle$ タイプの超格子転位は 3 種類存在している。3 種類のもののうちこのドメインで観察されたのは、シュミット因子が 0.314 と最大の $1/2[112]$ 超格子転位ではなく、シュミット因子が 0.157 の $1/2[\bar{1}12]$ 超格子転位であった。この超格子転位のせん断方向は、圧縮変形時に活動可能な変形双晶のせん断方向と同じものであった。

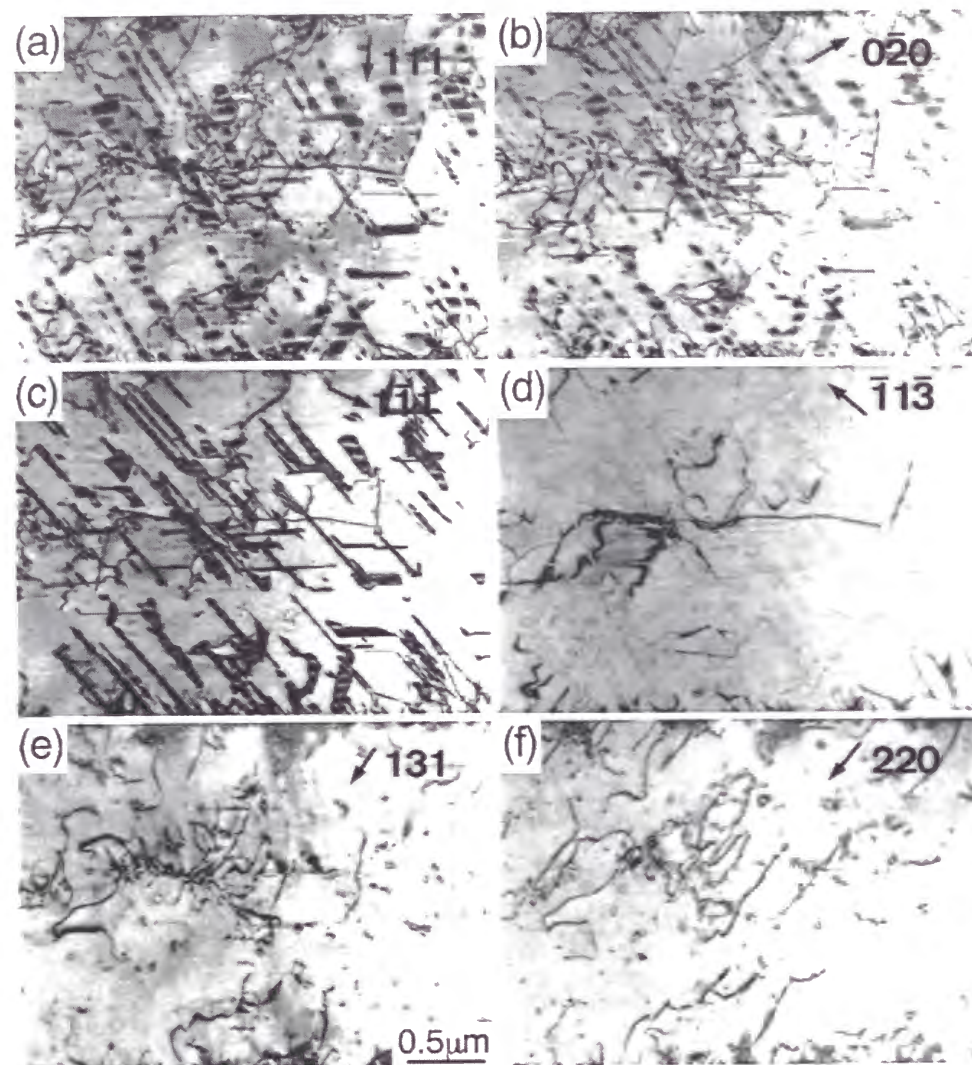


図 2.32 -196°C で圧縮変形した N 方位を有する PST 結晶中の TiAl ドメインで観察される変形組織のコントラスト解析.

このことから温度の低下に伴い変形双晶の活動が相対的に困難となったため、その代わりに同じせん断方向を持つ超格子転位が活動したものと考えられる。またこれらの転位以外に多数の積層欠陥が観察される。積層欠陥は $1/2[\bar{1}12]$ 超格子転位が分解することにより形成されており、積層欠陥を囲んでいる転位のバーガースベクトルは $1/6[\bar{1}12]$ であった。

(b) 1000°C における変形組織

図 2.31(d)に 1000°C で変形した試料の典型的な組織を示す。図 2.31(a - c)の 800°C 以下の変形組織と比べて変形双晶の活動する割合が大きく減少していることがわかる。この結果は光学顕微鏡観察の結果と一致している。図 2.33 はドメイン III_M の変形組織である。

活動する転位の大部分は普通転位であり、それらは sub-boundary を形成する傾向にある。またわずかではあるが $1/2\langle 112 \rangle$ 超格子転位や $[001]$ 完全転位も観察される。図 2.34(a, b)はドメイン II_M の変形組織である。反射ベクトル $g = 111$ (図 2.34(a))で見られる転位のうち、 $g = 00\bar{2}$ (図 2.34(b))でコントラストを失っているものは $1/2[110]$ 普通転位である。図 2.34(b)でコントラストを示している転位は $1/2\langle 112 \rangle$ 超格子転位や $[001]$ 完全転位である。これら

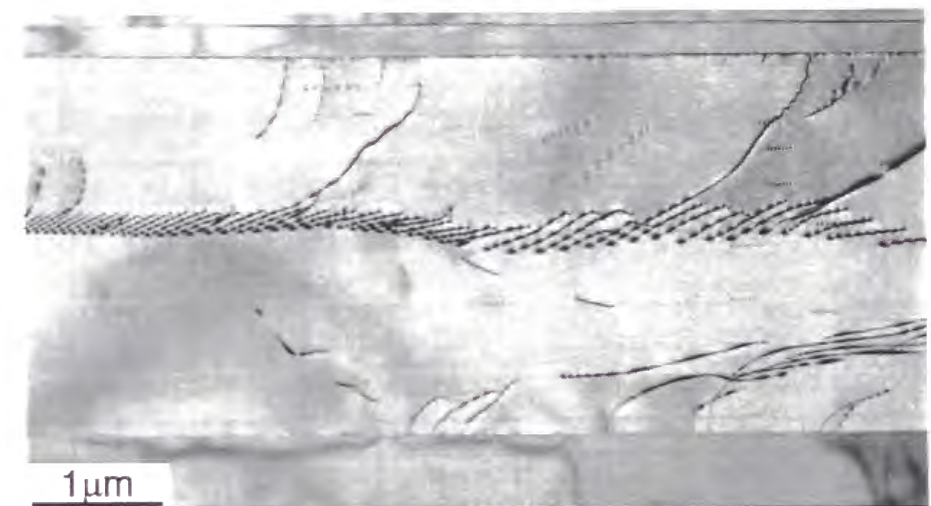


図 2.33 1000°C で圧縮変形した N 方位の PST 結晶中の TiAl ドメインにおける sub-boundary の形成.

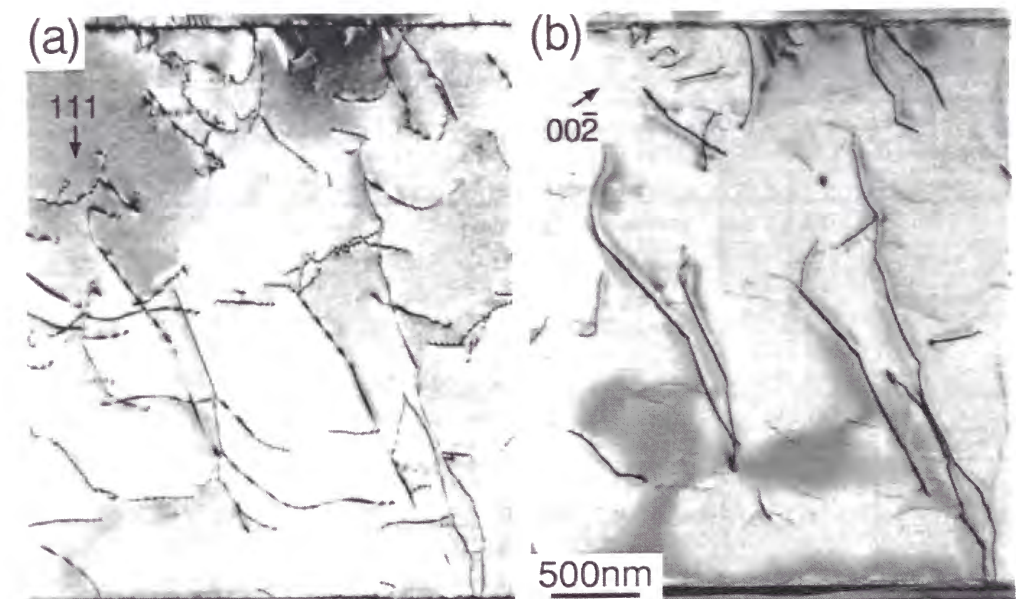


図 2.34 1000°C で圧縮変形した N 方位を有する PST 結晶中の TiAl ドメインにおいて観察される転位.

の転位と普通転位はからみあっており、次式であらわされるような反応をしていると考えられる。

$$1/2<112] \longleftrightarrow 1/2<110] + [001] \tag{2}.$$

このように 1000℃ での変形組織は低温で観察されるものと大きく異なっており、変形のメカニズムが大きく変化していることが考えられる。

2.3.4.8. TiAl 相で活動する変形モード

これまでに示した転位のバーガース・ベクトルの解析結果と、各変形モードに対するシュミット因子の計算結果およびトレース解析によるすべり面の解析結果から各ドメインにおいて活動するすべり系を決定した。800℃ 以下の温度範囲において活動する変形モードのまとめを表 2.5 に、1000℃ で活動する変形モードのまとめを表 2.6 にそれぞれ示す。

表 2.5 800℃ 以下の温度域で変形した A₁, A₂, B₁, B₂, N 方位を有する PST 結晶中の TiAl ドメインで活動する変形モード.表中の{111}<112>_Tは変形双晶を示す。

Orientation		I _M	I _T	II _M	II _T	III _M	III _T
A ₁	Compression	($\bar{1}$ 11)[0 $\bar{1}$ 1] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 0 1]	Same as I _M	($\bar{1}$ 11)[110] ($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] _T (11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 10]	Same as III _M	(1 $\bar{1}$ 1)[110] (1 $\bar{1}$ 1)[1 $\bar{1}$ $\bar{2}$] _T (11 $\bar{1}$)[1 $\bar{1}$ 0]	Same as II _M
	Tension	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] _T (1 $\bar{1}$ 1)[1 $\bar{1}$ $\bar{2}$] _T (001)[1 $\bar{1}$ 0]	Same as I _M	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] ($\bar{1}$ 11)[0 $\bar{1}$ 1] ($\bar{1}$ 11)[1 $\bar{1}$ 2] (11 $\bar{1}$)[1 $\bar{1}$ 0] (11 $\bar{1}$)[0 $\bar{1}$ $\bar{1}$] (11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$]	Same as III _M	(1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 0 1] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 1 2] (11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 10] (11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 0 $\bar{1}$] (11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$]	Same as II _M
A ₂	Compression	(1 $\bar{1}$ 1)[110] (1 $\bar{1}$ 1)[1 $\bar{1}$ $\bar{2}$] _T	($\bar{1}$ 11)[110] ($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] _T	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] ($\bar{1}$ 11)[0 $\bar{1}$ 1] ($\bar{1}$ 11)[1 $\bar{1}$ 2] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 1 0] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 1 2]	(1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 0 1] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 1 2]	(11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 10]	(11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 10]
	Tension	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] ($\bar{1}$ 11)[0 $\bar{1}$ 1] ($\bar{1}$ 11)[1 $\bar{1}$ 2] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 0 1] (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ 1 2]	Same as I _M	($\bar{1}$ 11)[110] ($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] _T (11 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 10]	Same as III _M	(1 $\bar{1}$ 1)[110] (1 $\bar{1}$ 1)[1 $\bar{1}$ $\bar{2}$] _T (11 $\bar{1}$)[1 $\bar{1}$ 0]	Same as II _M
B ₁	Compression	(111)[1 $\bar{1}$ 0]	Same as I _M	(111)[$\bar{1}$ 0 1]	Same as III _M	(111)[11 $\bar{2}$] _T (111)[$\bar{1}$ 10]	Same as II _M
B ₂	Compression	(111)[11 $\bar{2}$] _T	(111)[0 $\bar{1}$ 1] (111)[$\bar{1}$ 0 1] (111)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2] (111)[1 $\bar{1}$ 0]	(111)[1 $\bar{1}$ 0] (111)[0 $\bar{1}$ 1] (111)[$\bar{1}$ 1 2]	(111)[1 $\bar{1}$ 0] (111)[11 $\bar{2}$] _T	(111)[$\bar{1}$ 10] (111)[$\bar{1}$ 0 1] (111)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2]	(111)[$\bar{1}$ 10] (111)[11 $\bar{2}$] _T
N	Compression	($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] ($\bar{1}$ 11)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] _T (1 $\bar{1}$ 1)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] (1 $\bar{1}$ 1)[1 $\bar{1}$ $\bar{2}$] _T	Same as I _M	Same as I _M	Same as I _M	Same as I _M	Same as I _M

表 2.6 1000℃ で圧縮変形した A₁, B₁, N 方位を有する PST 結晶中の TiAl ドメインで活動する変形モード. 表中の{111}<112>_Tは変形双晶を示す。

Orientation		I _M , I _T	II _M , III _T	III _M , II _T
A ₁	Compression	$\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 10]$ $\mathbf{b} = 1/2[110]$ $\mathbf{b} = 1/2[1 \bar{1} \bar{2}]$ $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 1 \bar{2}]$ $\mathbf{b} = [001]$	$\mathbf{b} = 1/2[110]$ $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 10]$ $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 1 \bar{2}]$ $(\bar{1} 11)[\bar{1} 1 \bar{2}]_T$	$\mathbf{b} = 1/2[110]$ $\mathbf{b} = 1/2[1 \bar{1} 0]$ $\mathbf{b} = 1/2[1 \bar{1} \bar{2}]$ $(1 \bar{1} 1)[1 \bar{1} \bar{2}]_T$
B ₁	Compression	$\mathbf{b} = 1/2[1 \bar{1} 0]$ $\mathbf{b} = 1/2[110]$	$\mathbf{b} = 1/2[110]$ $\mathbf{b} = 1/2[1 \bar{1} 0]$ $\mathbf{b} = [\bar{1} 0 1]$ $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 1 2]$ $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 1 \bar{2}]$ $\mathbf{b} = [001]$	$\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 10]$ $\mathbf{b} = 1/2[110]$ $(111)[11 \bar{2}]_T$
N	Compression	$\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} \bar{1} 0]$ $\mathbf{b} = 1/2[110]$ $\mathbf{b} = 1/2[\bar{1} 1 \bar{2}]$ $\mathbf{b} = 1/2[1 \bar{1} \bar{2}]$ $\mathbf{b} = [001]$ $(\bar{1} 11)[\bar{1} 1 \bar{2}]_T$ $(1 \bar{1} 1)[1 \bar{1} \bar{2}]_T$	Same as I _M	Same as I _M

2.3.5. Ti₃Al 相の変形組織の透過電子顕微鏡観察

図 2.35(a, b)に-196℃ で圧縮変形した A₁ 方位および N 方位の試料中の Ti₃Al 相の変形組織を示す。いずれも図の中央部に存在しているのが Ti₃Al 相である。A₁ 方位では図 2.35(a)に示すように Ti₃Al 相中に転位の活動が見られ、変形を伝播していることがわかる。コントラスト解析の結果、Ti₃Al 相は{1 $\bar{1}$ 00}<11 $\bar{2}$ 0>柱面すべりにより変形していることがわかった。-196℃ から 800℃ の温度域においては同様の結果が得られた。引張変形した A₁ 方位、圧縮および引張変形した A₂ 方位中の Ti₃Al 相に関しても同様に柱面すべりの活動が観察された。これに対して N 方位では図 2.35(b)から明らかなように Ti₃Al 相中には弾性的な歪のコントラストは観察されるが、転位の活動は全く認められない。このことから少なくとも塑性歪量 2~3%では N 方位の試料中の Ti₃Al 相は塑性変形していないことがわかる。この傾向は 800℃ 以下の温度域では同様であった。この原因は Ti₃Al 相自身がもつ異方性によるものであると考えられる。PST 結晶の A₁ 方位と N 方位中の Ti₃Al 相と同じ荷重軸方位を持つ Ti₃Al 単相単結晶を用いた実験によれば、A₁ 方位に対応する Ti₃Al 単結晶は PST 結晶とほぼ同程度の降伏応力で降伏するのに対し、N 方位に対応するものの降

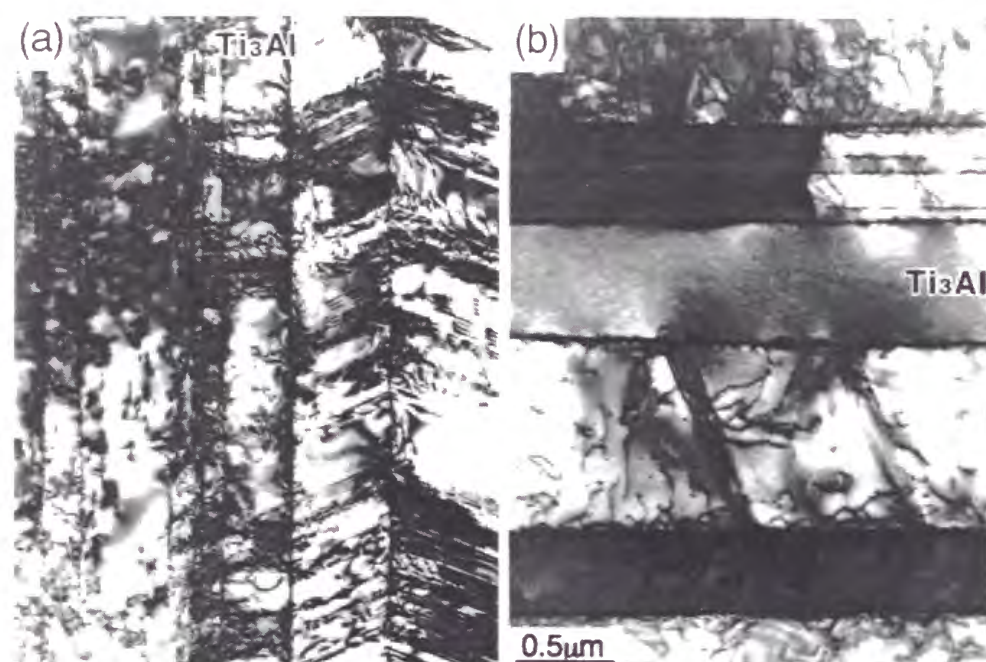


図 2.35 -196°C で圧縮変形した PST 結晶中の Ti_3Al ラメラの変形組織
(a) A_1 方位, (b) N 方位.

伏応力は PST 結晶のものの約 4 倍と非常に高い値を取っている. このため PST 結晶の降伏応力程度の応力レベルでは N 方位中の Ti_3Al 相は変形できなかったものと考えられる. また B_1 , B_2 方位中の Ti_3Al 相にも塑性変形の痕跡は観察されなかった. B 方位ではせん断変形は層状組織境界に平行に起こる. Ti_3Al 相の変形で層状組織境界に平行なのは底面すべりであるが, 底面すべりに対する降伏応力は PST 結晶の B 方位の降伏応力よりもかなり大きい値をとる. このため, B 方位の PST 結晶中の Ti_3Al 相では底面すべりが活動しなかったものと考えられる.

2.3.6. B 方位の変形における層状組織境界面の挙動

光学顕微鏡の観察の結果から, B 方位を有する PST 結晶の変形は層状組織境界に平行に起こることがわかった. ここで層状組織境界に平行な変形としては, TiAl ラメラ内での変形, Ti_3Al ラメラ内での変形, TiAl/TiAl 層状組織境界面での界面すべり, $\text{TiAl/Ti}_3\text{Al}$ 層状組織境界面での界面すべりの 4 種類が考えられる. このうち TiAl ラメラおよび Ti_3Al ラメラ内での変形についてはこれまでに述べてきた通りである. ここでは層状組織境界面の挙動を明らかにするために, 剃刀の刃を用いて層状組織境界面に垂直にけがき線をいれ

た試験片を約 2% 圧縮し, そのけがき線の変化を調べた. 表面観察には走査電子顕微鏡の反射電子像を用いた. 図 2.36 に室温で圧縮変形した B_1 方位の試料の変形組織を示す. 図中で明るく見えているラメラが Ti_3Al 相に対応している. もし $\text{TiAl/Ti}_3\text{Al}$ 層状組織境界面での界面すべりが変形の大部分を担っているならば, けがき線に明瞭なずれが現れるはずである. しかし, 図から明らかなように少なくとも今回用いた倍率では $\text{TiAl/Ti}_3\text{Al}$ 層状組織境界面での界面すべりは観察できなかった. また TiAl/TiAl 層状組織境界での大きな段差はこの観察からは認められなかった. けがき線の変化は主として TiAl ラメラ内でなだらかに起こっている. 800°C 以下の温度域においては同様の変形組織が観察される. さらに歪量を 10% 程度まで増大させた場合においても変化は観察されなかった. このことから 800°C 以下の温度域での B 方位の変形には, 層状組織境界面は大きな役割は果たしておらず, 主として TiAl ラメラ内での双晶変形とすべり変形が変形を担っていると考えられる. なお 1000°C 以上では試料の酸化のため, 層状組織境界面の挙動については調べることができなかった. またこのような傾向は引張変形した試料に関しても同様であった.

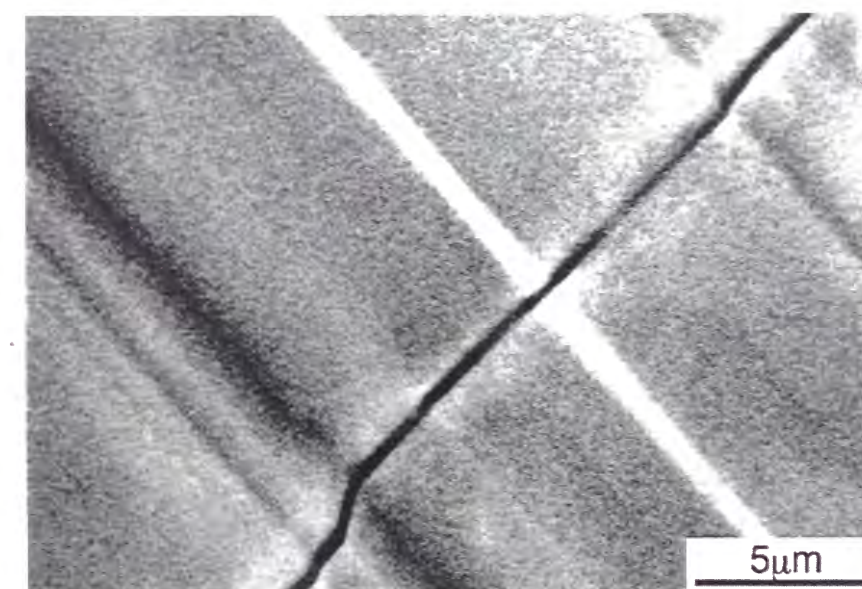


図 2.36 室温で圧縮変形した B_1 方位の PST 結晶の表面組織.

2.3.7. PST 結晶のマクロ変形

2.3.7.1. 圧縮変形時のマクロ変形

圧縮変形における層状組織全体としてのマクロな変形を明らかにするために、各方位の試料を約 10% 圧縮し、その形状変化を調べた。図 2.37(a-h) に室温で変形した A_1 、 A_2 、 B_1 、 N 方位の形状変化を示す。観察には走査電子顕微鏡を用いた。

A_1 方位と A_2 方位の試料は図中の x 方向への幅が増加しているのに対し、 y 方向への幅には変化がほとんど見られない。これは変形が層状組織境界面を保存するような形で起きていることを示している。このことから A 方位の試料では層状組織に垂直な方向への変形が拘束されて、マクロな変形方向が層状組織境界に平行となっていることが考えられる。このような変形は 800°C 以下の温度域で同様に観察された。

B_1 、 B_2 方位では層状組織境界に変形が進行する。図 2.37(e, f) に示す B_1 方位の形状変化

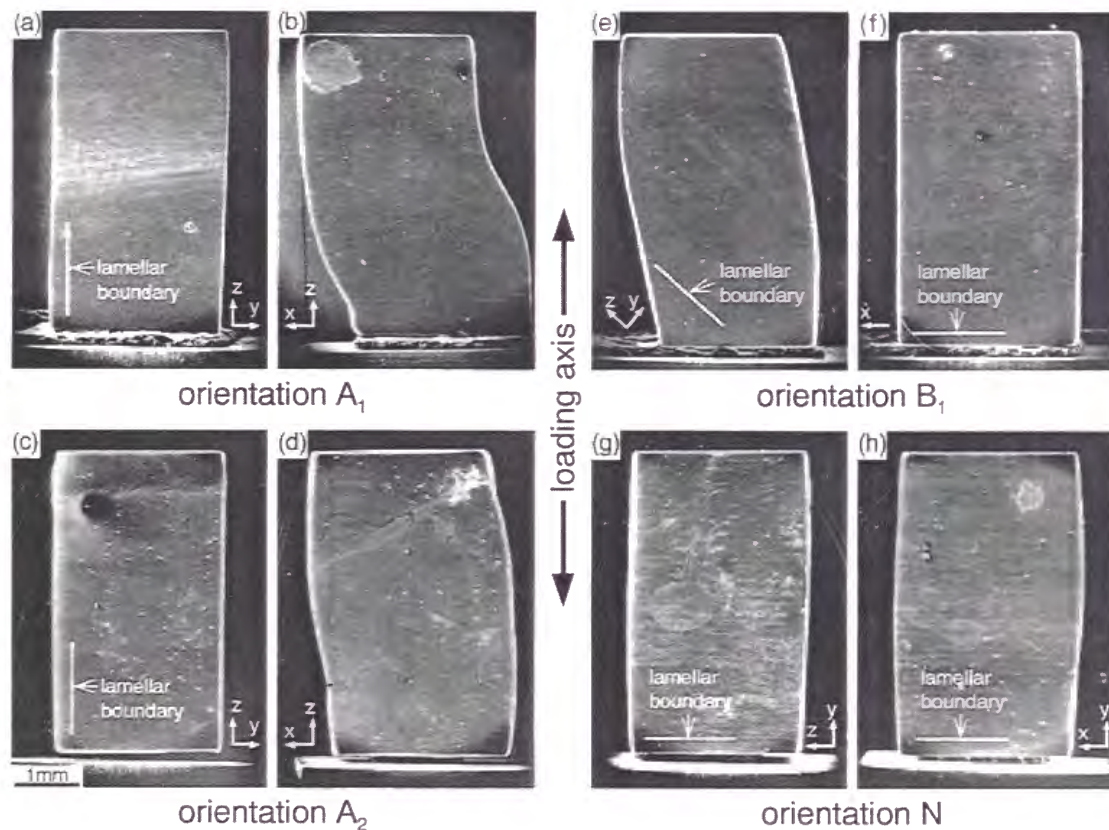


図 2.37 室温で約 10% まで圧縮変形した PST 結晶のマクロな形状変化 (a,b) A_1 方位, (c,d) A_2 方位, (e,f) B_1 方位, (g,h) N 方位。

は x 方向の幅を変えないような変形である。このことからマクロなせん断方向が図 2.37(e) 中の z 方向となっていることがわかる。このような変形組織が 800°C 以下の温度域では同様に観察された。また B_2 方位のマクロ変形も B_1 方位のものと同様であった。

N 方位のマクロ変形は、異方的なマクロ変形を示す A 方位、 B 方位の場合とは異なっている。図 2.37(g, h) から明らかなように、いずれの方向から見ても試料中央部が膨らんだ樽状に形状が変化している。このことは N 方位の変形が荷重軸に垂直な方向に関して等方的な変形をしていることを意味している。このような等方的な形状変化は、 700°C 以下の温度域、および 800°C の低歪領域で同様に観察される。

図 2.38(a - f) に 1000°C で塑性歪 10% 程度まで圧縮変形した A_1 、 B_1 、 N 方位の試料の形状変化を示す。いずれの方位に関しても低温でのものとは異なる形状変化を示す。

図 2.38(a, b) に示す A_1 方位ではいずれの方向へも幅が増大するような傾向を示している。また 800°C 以下での変形は 10% 程度の塑性歪を与えても層状組織境界面を保存した形で起こるのに対し、 1000°C では図 2.38(a) から明らかなようにそのような傾向は存在せず、

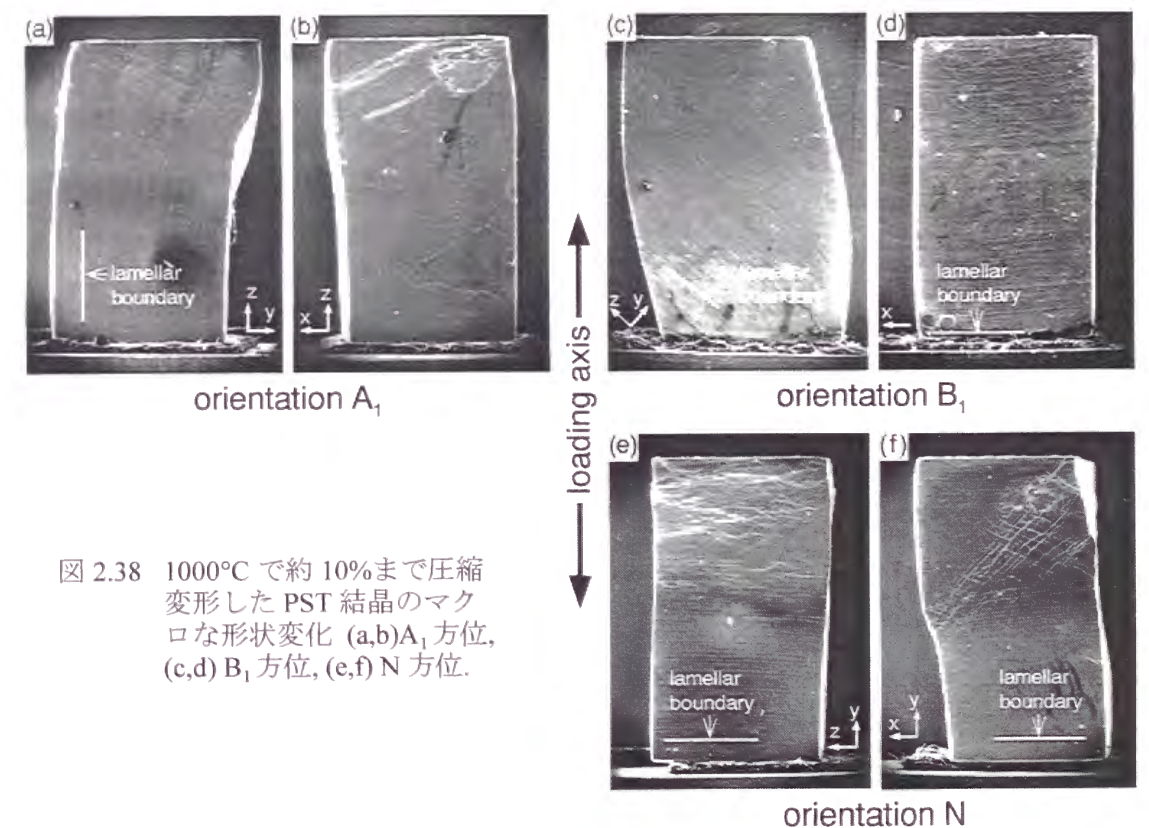


図 2.38 1000°C で約 10% まで圧縮変形した PST 結晶のマクロな形状変化 (a,b) A_1 方位, (c,d) B_1 方位, (e,f) N 方位。

層状組織境界面を折り曲げるような変形も起こっている。

B₁ 方位の試料は、低温では 1 種類のすべり面で 1 方向へ変形する単結晶が示すものと同様の形状変化を示すのに対して、1000°C では図 2.38(c)に示すように層状組織が大きく湾曲する傾向を示し、いずれの方向へも幅が増大するのがわずかに観察されるようになる。

低温での N 方位の変形は 10%程度の歪量においても等方的で、均質的なものであったが、1000°C での N 方位の変形はもはや均質ではなく、局所的にせん断帯が観察されるようになる。おそらく局所的な応力集中がおこり座屈を起こしたものと考えられる。同様の形状変化は 800°C で 10%程度圧縮した場合にも観察された。

2.3.7.2. 室温での引張変形におけるマクロ変形

図 2.39(a-f)に A₁, A₂, B₁ 方位のマクロ変形を実体顕微鏡を用いて調べた結果を示す。観察に用いた試料はいずれも破断にいたるまで試験をしたもので、引張伸びの値は A₁ 方位では 20.4%, A₂ 方位では 25.1%, B₁ 方位では 24.1%であった。B₁ 方位では圧縮変形時と同様に x 方向の幅にはほとんど変化が見られない(図 2.39(f))。A₂ 方位に関しても圧縮変形時と同様に y 方向への幅の変化はほとんど見られず、x 方向への幅の変化のみが観察された。x 方向へのサイズの変化はゲージ部とショルダー部のサイズの差から評価できる(図 2.39(d))。これらに対し A₁ 方位では x 方向のみならず、y 方向への幅にも減少が見られた。

表 2.7 に試験前後での A₁, A₂ 方位の試料のサイズ変化とその値から見積もった垂直歪の値を示す。表に示すように A₁ 方位ではほぼ $e_{xx} : e_{yy} : e_{zz} = -2 : -1 : 3$ となっている。

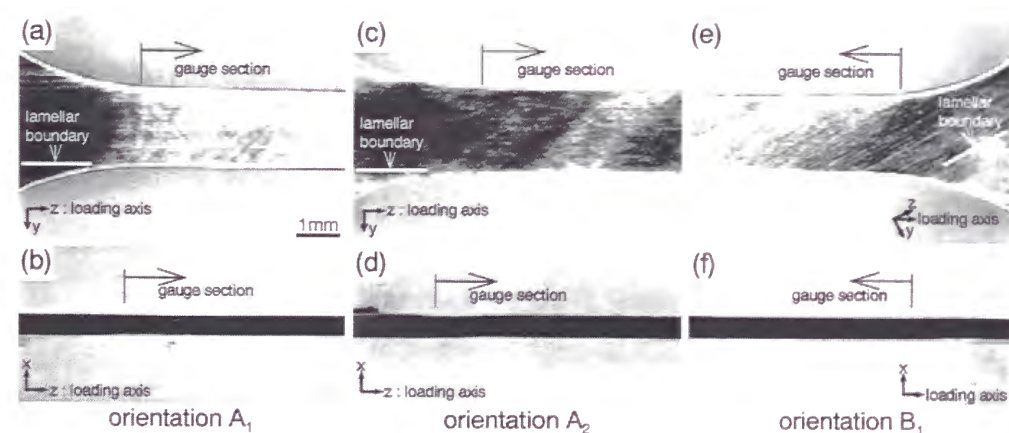


図 2.39 室温で引張変形した PST 結晶のマクロな形状変化 (a,b)A₁ 方位(引張伸び: 20.1%), (c,d)A₂ 方位(引張伸び: 25.0%), (e,f)B₁ 方位(引張伸び: 24.1%)。

表 2.7: A₁ 方位, A₂ 方位の PST 結晶の引張試験前後での試料サイズの変化。

orientation A ₁	x	y	z	orientation A ₂	x	y	z
before ↓ after	0.56 0.48	2.00 1.86	5.00 6.02	before ↓ after	0.54 0.47	2.02 2.00	5.00 6.25
strain(%)	e_{xx} -14.3	e_{yy} -7.0	e_{zz} 20.4	strain(%)	e_{xx} -13.0	e_{yy} -1.7	e_{zz} 25.1

2.3.8. 破断後の引張試片の変形組織

図 2.40(a-f)に 400°C で引張変形した A₁ 方位と B₁ 方位の試料の破断部近傍の組織を示す。観察には光学顕微鏡ならびに走査電子顕微鏡を用いている。A₁ 方位および B₁ 方位の引張伸びの値は 400°C 付近から増大しはじめるが、その破断面の性質は室温で変形したものと本質的に同じものであった(Oh et al. 1993)。これらの試料は非常に大きな引張伸びを示すにもかかわらず、その破断面は延性的ではなく、TiAl 相の{111}面をへき開面とする脆性的な様相を呈する。

図 2.41(a, b)に室温で引張変形した試料の表面組織の走査電子顕微鏡写真を示す。図 2.41(a)から明らかなように試料表面全体で非常に多くのマイクロクラックが観察される。反射電子像を用いて調べた結果、これらのマイクロクラックは Ti₃Al ラメラで優先的に生じていることがわかった(図 2.41(b))。PST 結晶中の Ti₃Al 相とほぼ同じ組成をもつ Ti₃Al 単結晶をもちいて、PST 結晶の A₁ 方位に対応する方位で引張試験を行った場合、室温で約 200%程度の引張伸びが得られることが報告されている(Inui, Toda and Yamaguchi 1993)。これに対し本研究では 15%程度の引張伸びで Ti₃Al ラメラにクラックの発生が見られた。このことはクラックの形成に TiAl ラメラと Ti₃Al ラメラの歪の適合性が大きく関与していることを示唆している。このようなマイクロクラックは 400°C 以下の温度域で約 15%程度変形した試料でも同様に観察されるが、600°C 以上では全く観察されない。このことから 600°C での引張伸びの急激な増大には、マイクロクラックの形成機構、すなわち TiAl ラメラと Ti₃Al ラメラ間の歪の適合性の変化も関与しているものと考えられる。

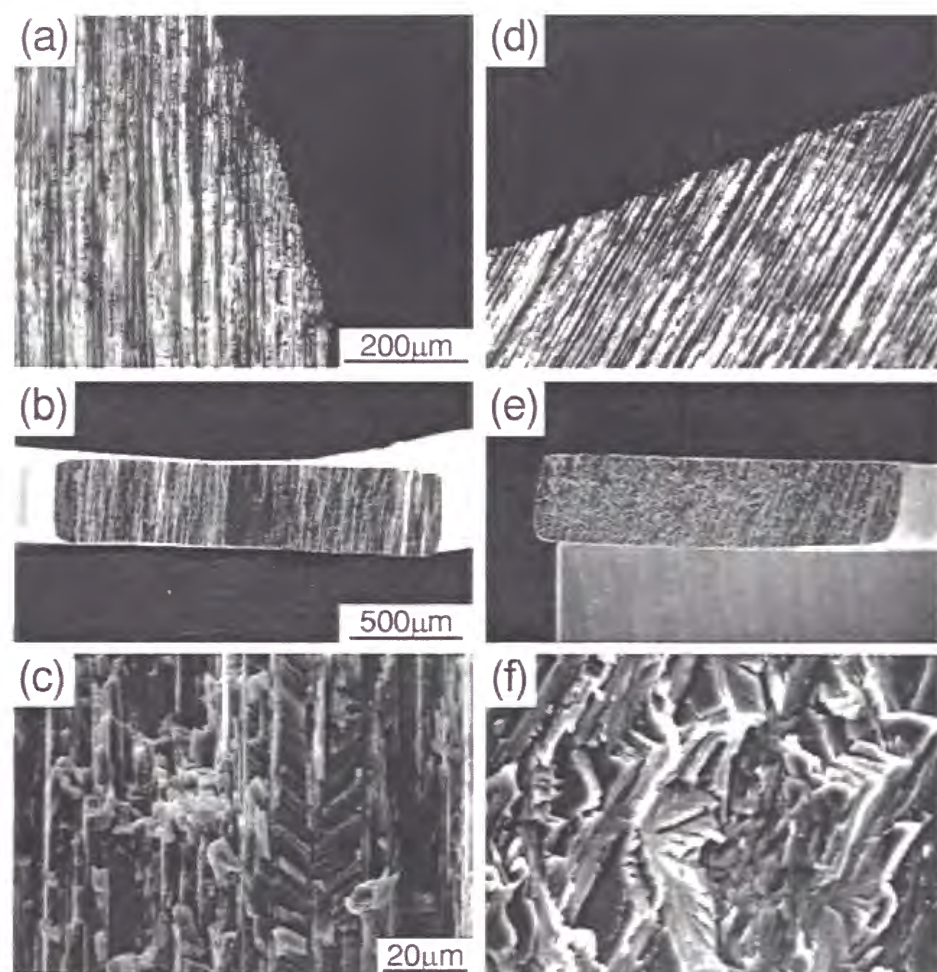


図 2.40 400°C で引張変形した PST 結晶の破断面の組織 (a-c)A₁ 方位, (d-f)B₁ 方位.

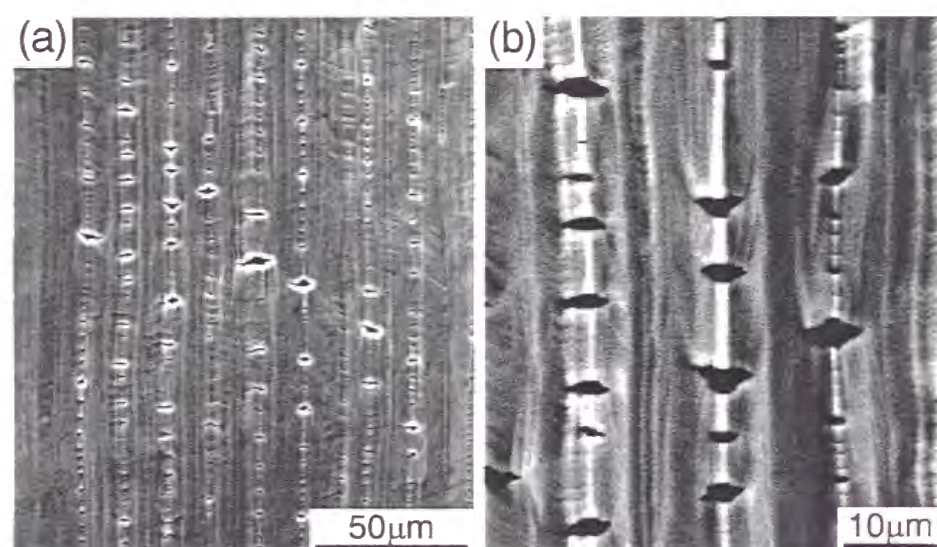


図 2.41 室温で引張変形した PST 結晶の試料表面の組織 (a)二次電子像, (b)反射電子像.

図 2.42(a - f)に 800°C で変形した A₁ 方位と B₁ 方位の試験片の破断面の組織を示す. 応力-歪曲線から予想されたように, 破断面近傍では明らかにネッキングを起こしているのが確認できる. 破断面の様相は図 2.40 に示した低温変形時のものとは大きく異なり, 延性的に破壊が起こったことを示すディンプル模様が観察される. このような破断面は 900°C 以上で変形した多結晶体においても観察されており, このようなディンプル模様は再結晶粒や再結晶粒と再結晶していない層状組織粒との間に生じる void により形成されることが考えられている(Krishnamurthy et al. 1991, Lee, Dimiduk and Krishnamurthy 1993). 本研究では再結晶粒の形成を直接観察することができなかったが, 破断面の性質が同種のものであることから, 破断面近傍の極限られた領域では引張試験中に再結晶が誘起されたものと考えられる.

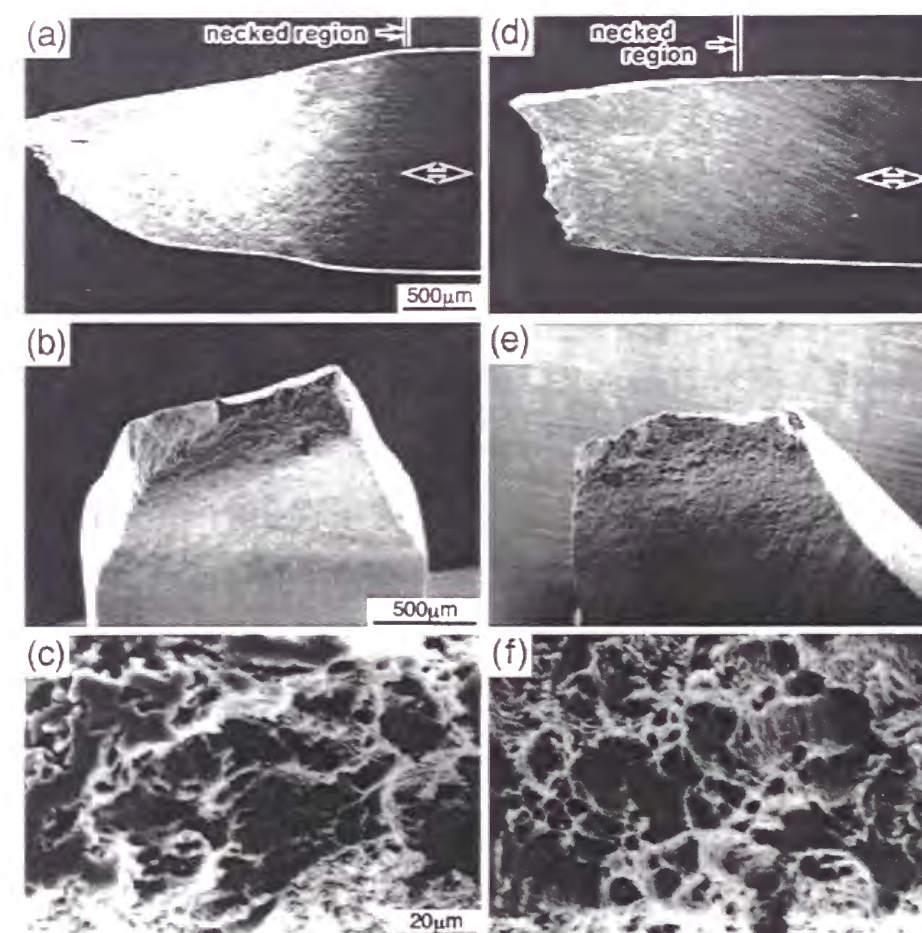


図 2.42 800°C で引張変形した PST 結晶の破断面の組織 (a-c)A₁ 方位, (d-f)B₁ 方位.

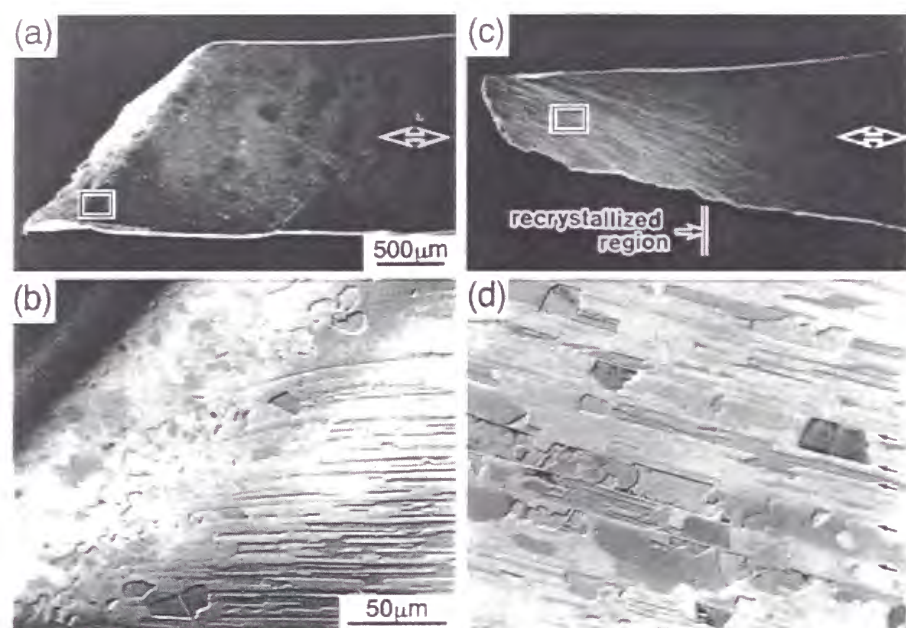


図 2.43 1000°C で引張変形した PST 結晶の変形組織 (a,b)A₁ 方位, (c,d)B₁ 方位.

変形温度が 1000°C の場合、ネッキングが見られる領域での再結晶粒の発生は顕著となる。図 2.43(a - b)に A₁ 方位の変形組織を、図 2.43(c, d)に B₁ 方位の変形組織を示す。A₁ 方位のネッキングは破断部近傍のかなり限られた領域でのみ観察され、その領域において再結晶粒が観察される。再結晶した領域では層状組織はくずれており、TiAl 相と Ti₃Al 相の等軸粒が観察される。これに対して B₁ 方位ではかなり広い範囲にわたって再結晶粒が観察される。詳細に観察を行った結果、図 2.43(d)に示すように再結晶は TiAl 相で優先的に起こっており、Ti₃Al ラメラは保存されているのがわかった。図中では Ti₃Al 相は矢印で示してある。このような違いは A₁ 方位と B₁ 方位の変形挙動の違いに起因しているものと考えられる。これまで見てきたように低温での B₁ 方位では変形は TiAl 相でのみ起こる。1000°C においてもこの傾向が成立していると考え、変形中に再結晶を起こすのに十分な歪が蓄積するのは TiAl 相のみとなる。このため Ti₃Al ラメラがそのまま保存されるような形で再結晶がおきたものと考えられる。A₁ 方位では TiAl ラメラと Ti₃Al ラメラは等しく歪まなくてはならないため、必然的に両方に歪が蓄積することになる。このため層状組織が壊れるような形で再結晶が起こったものと考えられる。

図 2.44(a - c)に 1000°C において破断にいたるまで引張変形した B₁ 方位の試料のネッキング領域の透過電子顕微鏡観察の結果を示す。薄膜を切り出した領域は図 2.44(b)の矢印

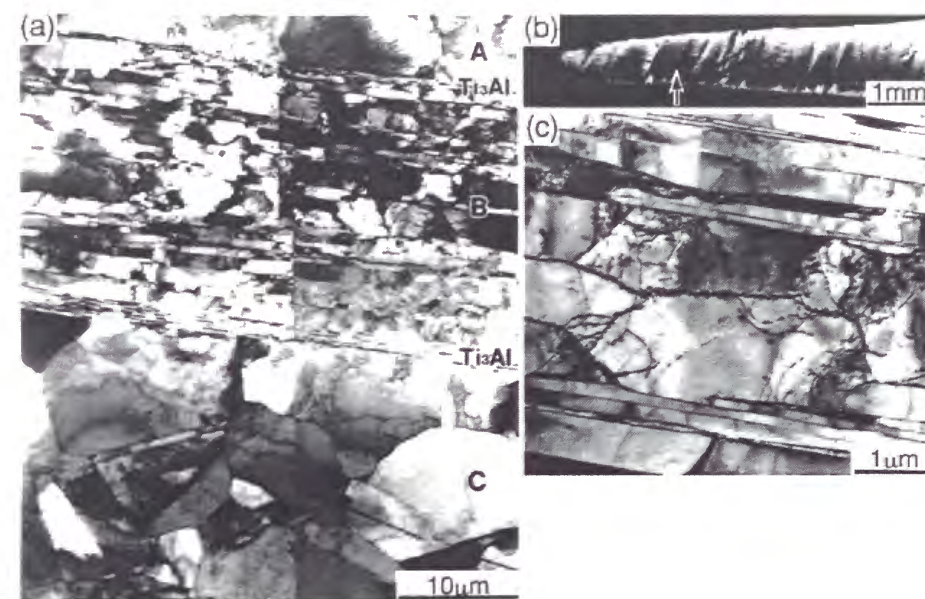


図 2.44 1000°C で引張変形した B₁ 方位の PST 結晶のネッキング部の変形組織.

で記した付近である。この領域では再結晶領域と未再結晶領域の両方が観察された。図 2.44(a)中の A および C 領域が再結晶領域である。この領域ではランダムな方向を向いた非常に大きな等軸 TiAl 粒が観察される。これに対し未再結晶領域は B で記した領域であり、この領域中の TiAl 相には sub-boundary が形成される傾向にあり、変形中に動的回復が起こっていることがわかる。このような sub-boundary の典型例を図 2.44(c)に示す。また、図 2.43(d)のところで示したのと同様に Ti₃Al ラメラは保存されていることが確認できる。観察される変形組織は観察位置により少しずつ変化する。図 2.44(b)の矢印で示した領域よりさらに破断部に接近した領域では再結晶粒のみが観察されるようになり、逆にシヨルダーに近い領域では動的回復の発生を示す sub-boundary のみが観察される。このことはネッキングの程度に対応して、蓄積する歪量が変化することと対応している。

N 方位の試料はいずれの温度においても引張伸びを示さなかった。この場合の試料の破断はいつも層状組織境界面に平行に起こる。図 2.45(a - d)に 200°C と 1000°C での破断面を示す。いずれの場合も非常に大きく平坦な層状組織境界に平行であるへき開面が観察される。このようなへき開面は実験を行ったすべての温度で同様に観察された。電子チャネリング・パターンを撮影して調べたところ、TiAl/TiAl 層状組織境界でへき開が起こっているところがしばしば観察された。

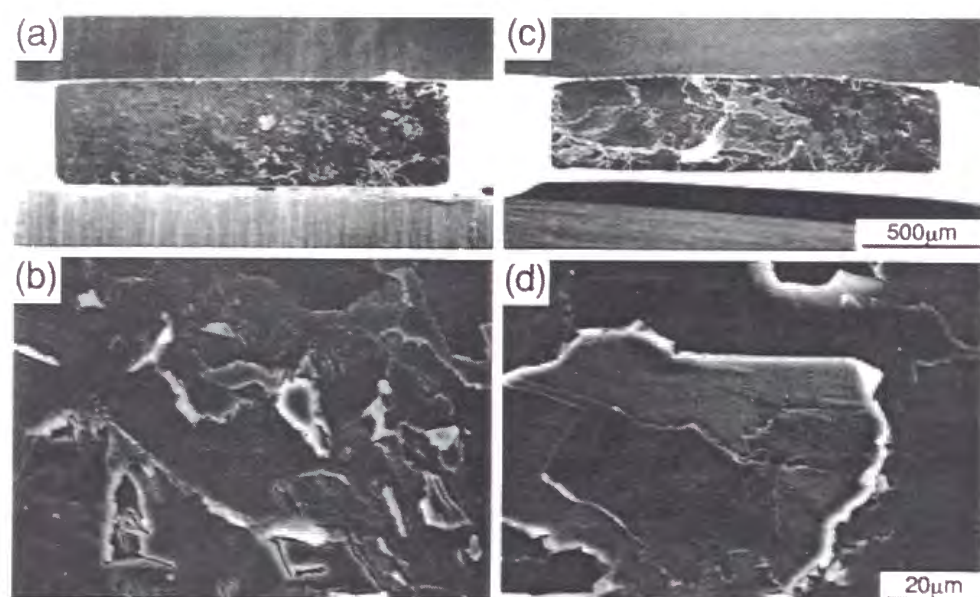


図 2.45 引張変形した N 方位を有する PST 結晶の破断面の組織 (a,b)200°C, (c,d)1000°C.

2.4. 考察

2.4.1. TiAl 相で活動する変形モード

PST 結晶中の TiAl 相で活動が確認された変形モードは、室温から 800°C の温度域では $\{111\}\langle\bar{1}\bar{1}2\rangle$ 変形双晶, $1/2\langle 110\rangle$ 普通転位, $\langle 101\rangle$ 超格子転位, $1/2\langle 112\rangle$ 超格子転位であった。これらのうちのいずれのものが活動するかは TiAl ドメインの方位に依存する。二相化合物中の TiAl 相での各変形モードに対する臨界分解せん断応力(CRSS)の定量的な評価は、TiAl/Ti₃Al 二相化合物中の TiAl 相と同じ組成を持つ TiAl 単相単結晶は作製が困難であるためこれまでなされていない。本研究で用いた PST 結晶は単結晶ではないため正確な評価はできないが、さまざまな荷重軸方位を有する TiAl ドメインでの観察結果から、少なくとも変形モードの相対的な容易さをおおまかに評価することができる。

N 方位の試料中のすべての TiAl ドメインにおいて各変形モードに対するシュミット因子のうち最大のもは、普通転位と $\langle 011\rangle$ 超格子転位では 0.272, $1/2\langle 112\rangle$ 超格子転位に関しては 0.314, 変形双晶に対しては 0.157 である。表 2.5 に示すように N 方位の試料中では変形双晶と普通転位が活動していた。このような実験結果とシュミット因子を対比して考えると、活動が最も容易なのは変形双晶であり、次に普通転位, 超格子転位の順番になっていることが推測できる。実際、変形双晶に対するシュミット因子が約 1.0 以上であるドメインでは必ず変形双晶が活動していることから、変形双晶が最も容易に活動する変形モードであることが確認できる。超格子転位は 2 種類が存在しているが、いずれのドメインにおいても $1/2\langle 112\rangle$ 超格子転位が単独で活動することではなく、 $\langle 011\rangle$ 超格子転位, 普通転位がともに観察されている。また $1/2\langle 112\rangle$ 超格子転位が $\langle 011\rangle$ 超格子転位から分解して生じているところが多数観察されることから、 $1/2\langle 112\rangle$ 超格子転位はもっとも活動しにくい変形モードであると考えられる。しかしながら、変形双晶が活動するドメインのほとんどにおいて普通転位の活動が見られたこと、約 2% 程度の塑性歪量ですべての変形モードが観察されるようになることから考えると、これらの変形モードの CRSS の差は非常に小さいと考えられる。各変形モードの CRSS の差は温度により変化するが、少なくとも室温から 800°C の温度範囲では大きな変化は見られない。1000°C では変形双晶の活動する

割合が減少し、主として観察されるのは普通転位となる。このことから 1000°C 付近の高温では普通転位が最も容易な変形モードであると考えられる。また普通転位も含めてシュミット因子がゼロであるような転位が多数観察されることから、1000°C での変形には転位の上昇運動も関与していることが予想される。

2.4.2. 800°C 以下の温度域における PST 結晶の変形機構

TiAl 相中で活動可能な変形モードのうちいずれの変形モードが活動するかは、基本的には結晶の方位すなわち荷重軸方位に依存している。ところがほとんどの TiAl ドメインでは一つの変形モードだけではなく、複数の変形モードが同時に活動している。このことはいずれの変形モードが活動するかについては、必ずしもシュミット因子の値と変形モードの相対的な容易さからだけでは理解できず、何らかの外的要因、特に組織的な要因が変形モードの選択に重大な影響を及ぼしていることを意味している。組織的な要因としてまず Ti₃Al ラメラの影響が考えられる。二相層状組織の構成相である Ti₃Al 相の変形は非常に異方性が強い(Minonishi 1991, Inui et al. 1993, Umakoshi, Nakano, Takenaka, Sumimoto and Yamane 1993, Inui, Toda Shirai and Yamaguchi 1994)。図 2.46 に PST 結晶中の Ti₃Al 相とほぼ等しい組成を持つ Ti₃Al 単相単結晶を PST 結晶の A₁ および N 方位に対応する方位で圧縮した場合に得られる降伏応力の温度依存性を示す(高濱 1997)。A₁ 方位では c 軸方向へのせん断を含まない柱面すべりが活動し、N 方位では c 軸方向へのせん断を含む錘面すべりが活動する。この図から明らかなように、Ti₃Al 相は c 軸方向へのせん断を含む変形が圧倒的に困難である。このような性質を持つ Ti₃Al 相を含む層状組織の変形では、必然的に Ti₃Al 相の変形の異方性の影響により層状組織境界に垂直な方向へのせん断が妨げられ、TiAl 相の変形が拘束されると考えられる。その他に影響を及ぼすものとしては TiAl 相自身が形成する層状組織が考えられる。PST 結晶中では各 TiAl ラメラはそれぞれ 3 種類の TiAl ドメインから成り立っている。層状組織境界面に平行な(111)面の積層の順序だけ見れば、TiAl ラメラは互いに双晶の関係にある 2 種類のラメラから形成されているとみなすことができる。このような双晶関係にある TiAl ラメラが存在することも変形モードの選択に影響を及ぼすものと考えられる。

本節では上述の組織的な要因の影響を考慮に入れながら、各 TiAl ドメインで活動した

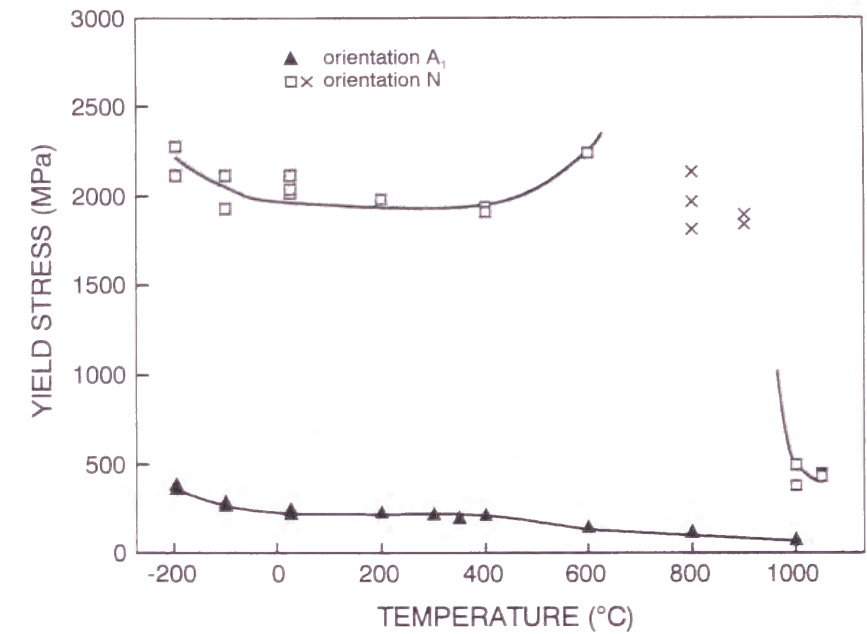


図 2.46 Ti-36.5at.%Al 組成を有する Ti₃Al 単相単結晶の圧縮試験における降伏応力の温度依存性。

変形モードの観察結果と PST 結晶のマクロ変形との相関を考察することにより、PST 結晶の変形機構を明らかにする。

各変形モードの活動がマクロな変形にどのような影響を及ぼすかを明らかにするのに、Hook らが双結晶の界面における歪の適合性を評価するのに用いた方法を用いた(Hook and Hirth 1967)。あるすべり系もしくは双晶系の活動により結晶が一様にせん断変形した場合を想定し、それらの活動により発生する歪成分を考える。いま任意のすべり系もしくは双晶系に対して、すべり方向が x₀ 方向、すべり面法線方向が y₀ 方向となるような直行座標系(x₀, y₀, z₀)を定義する。この座標系における歪成分は次のようにあらわされる。

$$e_{0ij} = S \begin{pmatrix} 0 & b/2d & 0 \\ b/2d & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (3).$$

ここで b はすべり変形もしくは双晶変形を担う転位のバーガース・ベクトルの大きさを、d はすべり面である{111}面の面間隔をあらわしている。また(S×b/d)という値はそれらのすべり系もしくは双晶系の活動により結晶に生じるせん断量をあらわしている。S はすべりや変形双晶の活動する量や結晶のサイズに依存する値であり、これ以降では S パ

ラメータと呼ぶことにする．このようにして得られた各変形モードに対する歪成分を図 2.4(a)に示した共通の座標系である PST 座標系に変換して比較することにより，TiAl ドメイン間のマクロな塑性歪の適合性を議論し，PST 結晶のマクロ変形を考察する．

2.4.2.1. B₁ 方位の PST 結晶の変形

B₁ 方位の PST 結晶の変形は層状組織境界に平行な(111)面上おこる．これは Ti₃Al ラメラに対して垂直なせん断成分を有する変形が困難であるため，Ti₃Al ラメラの影響を受けない層状組織に平行な(111)面でのせん断変形のみが起こったものと考えられる．図 2.47 に圧縮変形した B₁ 方位中の TiAl ドメインで観察された(111)面上の変形モードのせん断方向を示す．太い矢印で示してあるのが観察された変形モードである．矢印の大きさはそれぞれの変形モードの単位要素，すなわち転位の場合はバーガース・ベクトルの大きさ，変形双晶の場合は双晶転位の大きさを反映している．また図 2.47 には各 TiAl ドメインで活動可能な変形モード(シュミット因子がゼロでないもの)も示してある．ただし $1/2\langle\bar{1}\bar{1}2\rangle$ 超格子転位に関しては単独では活動しないと考えられるため，これ以降の考察では特に明

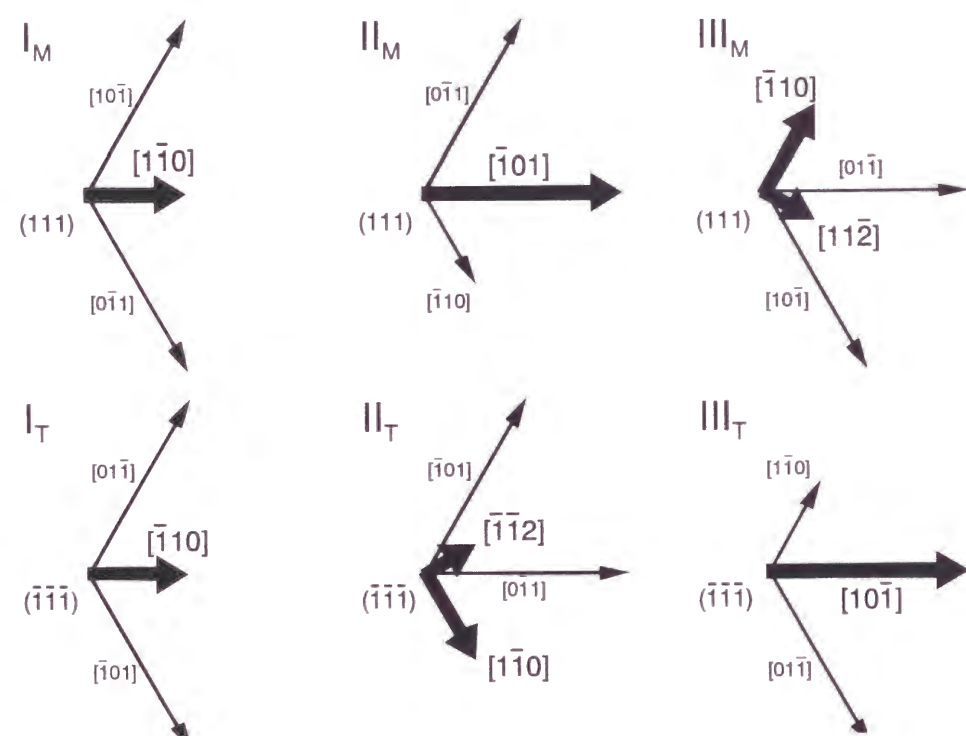


図 2.47 B₁ 方位を有する PST 結晶の圧縮変形時に各 TiAl ドメインで活動する変形モードのせん断方向(太い矢印)．

記しない限り取り扱わないことにする．

圧縮変形時にはドメイン I_Mと II_Mでは一つのすべり系のみが活動する．これらの結果からドメイン I_Mと II_Mのマクロな歪成分を PST 座標系であらわすと単純に次のような形で表すことができる．

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_{yz} \\ 0 & e_{yz} & 0 \end{pmatrix} \quad (4).$$

ドメイン III_Mでは(111)[11 $\bar{2}$]変形双晶と(111)[$\bar{1}$ 10]すべりが同時に活動する．これら 2 種類の変形モードがそれぞれ生じさせる歪量を実験的に評価すること，すなわちドメイン III_Mのマクロ変形を歪成分であらわすことは不可能である．ここで，TiAl ドメイン間の歪の適合性に着目してみる．B₁ 方位ではせん断変形が層状組織境界に平行な(111)面でおこる．各 TiAl ラメラはマトリックス・バリエーション(ドメイン I_M, II_M, III_M)のみ，もしくはツイーン・バリエーション(ドメイン I_T, II_T, III_T)のみがランダムに分布することにより形成されているため(Yang and Wu 1991, Inui, Oh, Nakamura and Yamaguchi 1992c)，歪の適合性が問題となるのは，同じ TiAl ラメラ内に存在している TiAl ドメインの間である．TiAl ドメイン間の歪の適合性を考えた場合，もっとも適合性が高いのは各 TiAl ラメラ中のすべての TiAl ドメインが同じ歪成分を出すように塑性変形した場合であるのは容易に想像できる．そこでドメイン III_Mに関しては変形双晶に対する S パラメータをすべり変形のものの 3 倍と仮定する．これは図 2.47 に示すように，このドメインでのマクロなせん断方向が[01 $\bar{1}$]方向となるように，2 種類の変形モードが生じさせる歪量の割合を仮定することに対応する．このように仮定することによりドメイン III_Mのマクロな歪成分は変形双晶による歪成分と普通転位による歪成分の和であらわすことができ，その形は実際に式(4)で示したものと同一となる．ドメイン I_T, II_T, III_Tで活動する変形モードはそれぞれドメイン I_M, II_M, III_Mのものと同一であるので，すべてのドメインにおいて塑性変形により生じる歪はすべて式(4)であらわされることになる．

各 TiAl ラメラ内の TiAl ドメインがすべて均一に同一の歪成分を出すように塑性変形すれば，TiAl ドメイン間における歪の適合性が完全に満たされた状態で変形することとなり，その TiAl ラメラは全体として層状組織境界に平行な面上での z 方向へのせん断変形

を起こすことになる。その結果 B_1 方位の変形では TiAl ラメラは一枚の均質な板とみなすことができ、結晶全体としては単一のすべり系の活動により変形する単結晶と同様の変形をすることになる。実際、観察されるマクロな変形は非常に単結晶の変形と類似しており、各ドメインの変形から予想される変形がおこっている事を示している。

引張変形時に各 TiAl ドメインで活動する変形モードは、シュミット因子の対称性から予測することができる(表 2.2 参照)。ドメイン $I_{M(or T)}$, $II_{M(or T)}$, $III_{M(or T)}$ 中では、それぞれ圧縮変形時のドメイン $I_{M(or T)}$, $III_{M(or T)}$, $II_{M(or T)}$ 中で活動する変形モードの種類と等しいことが予想される。このため、引張変形においても圧縮変形時と同様の変形をするものと考えられる。これまでの研究で層状組織境界と荷重軸が 51° の角度をなしている PST 結晶は 9.3%の塑性変形後もその yz 面法線が $\langle \bar{1} \bar{1} 2 \rangle$ に平行であることが観察されており(Inui et al. 1992b), このことから実際に引張変形時に上で予想したタイプの変形がおこることが確認できる。

このように B_1 方位の PST 結晶は、各 TiAl ラメラ内のすべての TiAl ドメインが同じ歪成分を出すようにある種共同的な変形をすることにより、全体として単結晶的な変形をするまとめることができる。

2.4.2.2. B_2 方位の PST 結晶の変形

B_2 方位の PST 結晶の変形も B_1 方位の場合と同様に層状組織境界に平行な(111)面上おこり、マクロなせん断方向は PST 座標系の z 方向であった。このことは B_2 方位の変形においても B_1 方位の場合と同様の機構が働いていることを示している。図 2.48 に圧縮変形した B_2 方位中の TiAl ドメインで観察された(111)面上の変形モードのせん断方向を示す。太い矢印で示してあるのが観察された変形モードである。圧縮変形した B_2 方位の TiAl ドメインの変形は、活動する変形モードの種類にだけ着目すれば 4 種類に分類できる。ドメイン I_M では変形双晶のみが観察される。この変形双晶のせん断方向は PST 座標系の z 方向に平行であるので、このドメインに生じる歪成分は式(4)で与えられる。ドメイン I_T では 2 種類の超格子転位によるすべり、(111)[$0 \bar{1} 1$]および(111)[$\bar{1} 0 1$]が観察される。このほかに $1/2[11 \bar{2}]$ 超格子転位の活動も見られるが、これについては $\langle 0 \bar{1} 1 \rangle$ 超格子転位の分解により生じたものと考えられるので、ここでは考慮に入れないことにする。2 種類の $\langle 0 \bar{1} 1 \rangle$ 超

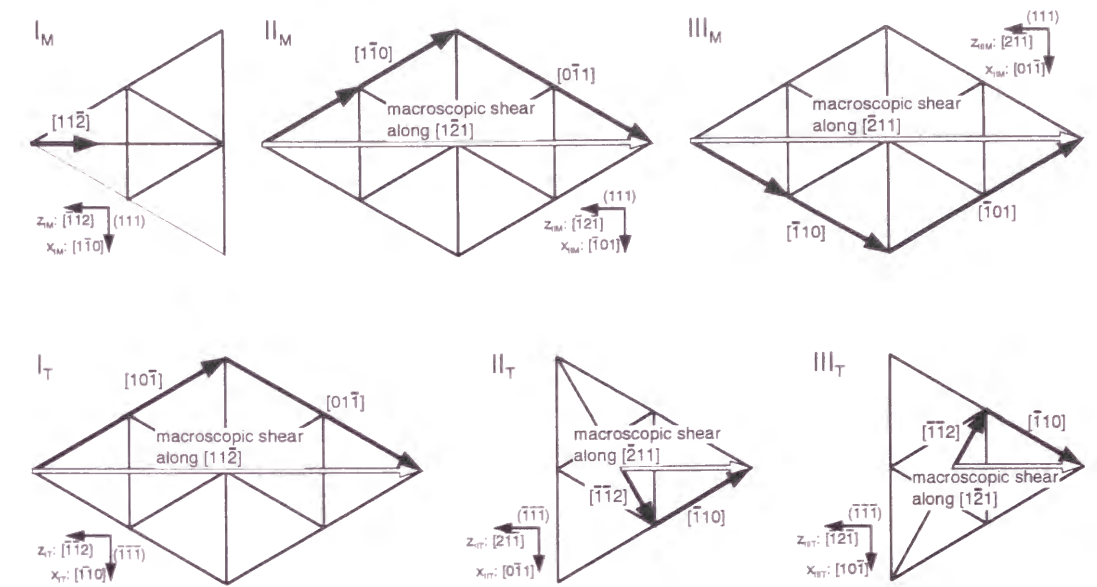


図 2.48 B_2 方位を有する PST 結晶の圧縮変形時に各 TiAl ドメインで活動する変形モードのせん断方向(黒い太矢印)とマクロなせん断方向(白矢印)。

格子転位がそれぞれの S パラメータが等しくなるような割合で同時に活動すれば、いいかえれば図 2.48(a)に示すように全体としてのせん断方向が $[11 \bar{2}]$ 方向となれば、このドメインに生じる歪成分も式(4)で与えられる。ドメイン II_M , III_M では $1/2[1 \bar{1} 0]$ 普通転位と $\langle 0 \bar{1} 1 \rangle$ 超格子転位が活動する。これらのすべり系に対する S パラメータの比を $2:1$ と仮定しマクロなせん断方向が $\langle 1 \bar{2} 1 \rangle$ となれば(図 2.48(b)), これらのドメインの塑性歪も式(4)で表すことができる。同様にドメイン II_T , III_T に対しては(111)[$11 \bar{2}$]変形双晶と(111) $\langle 1 \bar{1} 0 \rangle$ すべりに対する S パラメータの比を $1:1$ と仮定すれば、マクロなせん断方向が $\langle \bar{2} 1 1 \rangle$ となり(図 2.48(b)), 塑性歪の形を式(4)で表すことができる。

引張変形において活動する変形モードをシュミット因子から推測すれば、ドメイン I_M , I_T , II_M , II_T , III_M , III_T での変形モードはそれぞれ圧縮変形時のドメイン I_T , I_M , III_T , III_M , II_T , II_M 中で活動する変形モードに対応する。したがって引張変形の場合も圧縮変形時と同様の変形がおこると考えられる。

2.4.2.3. A_1 方位の PST 結晶の変形

A 方位の PST 結晶の変形は TiAl 相の変形が層状組織境界面と交差する{111}面でおこ

ること、また Ti_3Al ラメラの変形も伴うことといった理由により、B 方位の変形に比べ複雑である。図 2.49 は圧縮変形時に観察された変形モードのせん断方向をステレオ投影したものである。すべての TiAl ドメインはそれぞれ 2 つの $\{111\}$ 面でせん断を受ける。ドメイン I_M , I_T では、2 つの $\{111\}$ 面上において、それぞれ 1 種類の $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位が活動する。これら 2 種類の変形モードが同じだけ活動したと仮定すると、ドメイン I_M および I_T に生じる塑性歪は、次のように与えられる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & e_{xy} & 0 \\ e_{xy} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_{zz} \end{pmatrix} \quad (5).$$

ここで $e_{xx}/e_{zz} = -1$, $e_{xy}/e_{zz} = \pm\sqrt{2}/4$ である。この場合、せん断変形が層状組織境界面に対して約 70° 傾いた面でおこるため e_{xy} の値が生じる。 e_{xy} の値はマトリクス・バリエントに対しては正の値となり、ツイン・バリエントに対しては負の値となる。

ドメイン II_M , II_T , III_M , III_T では 2 つの $\{111\}$ 面のうちの 1 つでは普通転位のみが、もう 1 つでは変形双晶と普通転位が活動する。このうち変形双晶と普通転位の両方が活動する面上において、これら 2 種類の変形モードが同時に活動し、その面上でのマクロなせん

断方向がその $\{111\}$ 面と層状組織境界面に平行な (111) 面との交線方向である $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向に平行となれば、これらのドメインの変形モードの幾何学的な関係はドメイン I_M およびドメイン I_T のものと等価になる。このように仮定すれば、ドメイン II , III に生じる塑性歪も式(5)で表すことができる。

すべての TiAl ドメインが式(5)に示す歪成分を生じた場合の歪の適合性について考える。式(5)に示すように各 TiAl ドメインでは垂直歪だけでなくせん断歪 e_{xy} が生じる。 e_{xy} の大きさはすべてのドメインで等しく、さらに e_{xy} の符号はすべてのマトリクス・バリエントまたはツイン・バリエントでそれぞれ等しい。各 TiAl ラメラはマトリクス・バリエントのみ、もしくはツイン・バリエントのみから形成されているため(Yang and Wu 1991, Inui et al. 1992c), すべての $\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 層状組織境界および各 TiAl ラメラ内のドメイン間において歪の適合性が満足されることになる。このように A_1 方位の圧縮変形の場合もすべての TiAl ラメラそれぞれが式(5)であらわされるような変形をする一枚の均質な板とみなすことができる。

TiAl 相と Ti_3Al 相の方位関係から考えると、 Ti_3Al ラメラの荷重軸方位は $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ に平行であり、2 組の柱面すべりが活動する。 Ti_3Al ラメラの柱面すべりのすべり面とすべり方向は、それぞれ TiAl ラメラの $\{\bar{1}\bar{1}2\}$ 面と $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向と平行である。2 組の柱面すべりの活動による塑性歪は次のようにあらわされる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -e_{xx} \end{pmatrix} \quad (6).$$

$\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 層状組織境界面での歪の連続性を保つには、それぞれのラメラに生じる歪成分のうち e_{xx} , e_{zz} , e_{xz} が等しくなることが必要である。 A 方位の場合は TiAl ラメラと Ti_3Al ラメラは荷重軸方向に等しく歪まなければならない。すなわち e_{zz} がいずれのラメラに関しても等しくなっているはずである。この場合、式(5)と(6)から明らかなように、 TiAl , Ti_3Al ラメラに生じる e_{xx} , e_{zz} , e_{xz} 成分は等しくなるので、 $\text{TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ 層状組織境界面での歪の適合性も満たされていることになる。

PST 結晶中の TiAl 相ではマトリクス・バリエントとツイン・バリエントが同じ頻度で存在しているため(Yang and Wu 1991, Inui et al. 1992c), e_{xy} 成分は相殺され、試料全体と

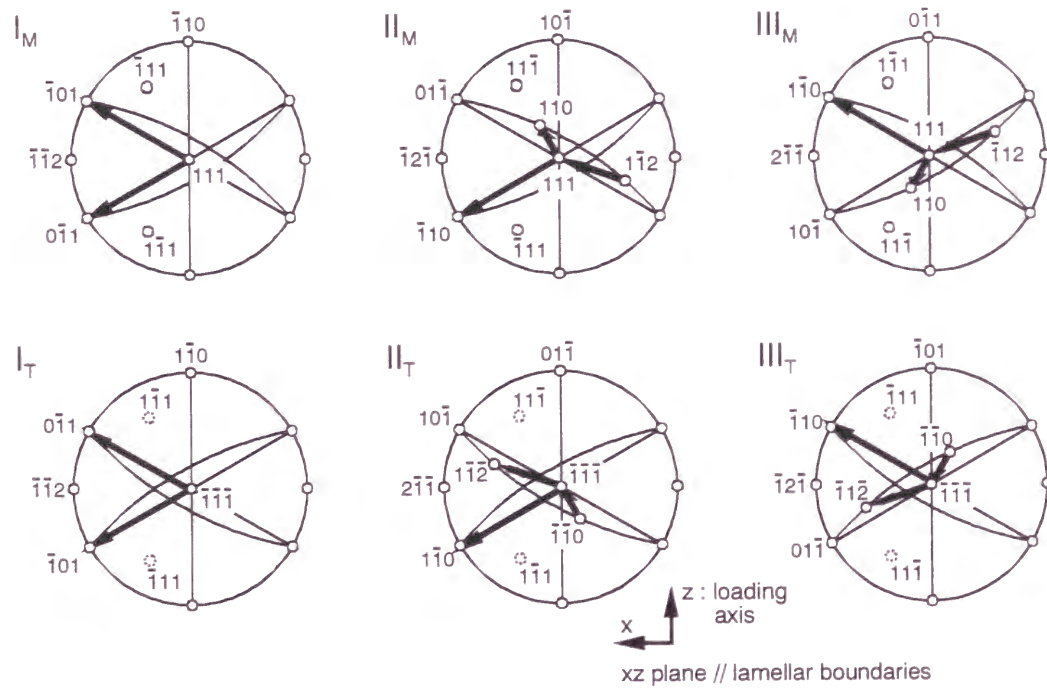


図 2.49 A_1 方位を有する PST 結晶の圧縮変形時に各 TiAl ドメインで活動する変形モードのせん断方向。

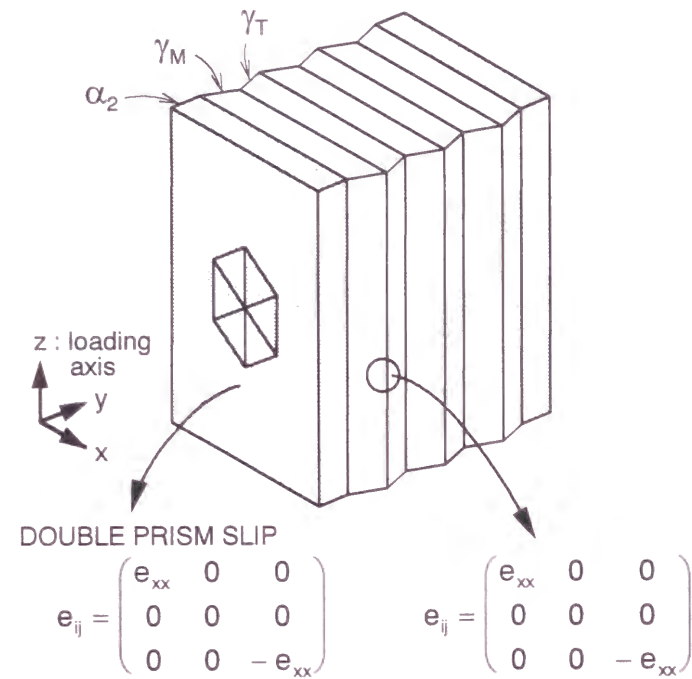


図 2.50 A₁ 方位を有する PST 結晶の圧縮変形の模式図.

しての歪の形は式(6)で与えられることになり、模式図であらわすと図 2.50 のようになる。このように A₁ 方位の PST 結晶の圧縮変形時のマクロ形状変化は、層状組織境界面に垂直な方向(y 方向)への長さの変化を伴わず、またせん断成分が存在しないことが予想される。実際、変形量が小さい場合には予想される形状変化をしているが、変形量が 10%程度まで増加してくると図 2.37(a, b)に示すような形状変化を示す。これはおそらく試料と治具の間の摩擦の影響により不均一な変形をしたためであると考えられる。しかしながら、10%の変形後も yz 面の形は直方体形状を保持しており、層状組織に垂直な方向(y 方向)への幅の変化を伴わない変形をしていることが確認できる。

図 2.51 は引張変形時に観察された変形モードのせん断方向をステレオ投影したものである。圧縮変形の場合と同様にすべての TiAl ドメインはそれぞれ 2 つの{111}面でせん断を変形する。ドメイン I_M, I_T では 2 つの双晶系が活動する(表 2.5, 図 2.51-ドメイン I_M, I_T)。これら 2 系統の双晶が等量活動したとすると、それによる歪は次のように与えられる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & e_{xy} & 0 \\ e_{xy} & e_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & e_{zz} \end{pmatrix} \quad (7).$$

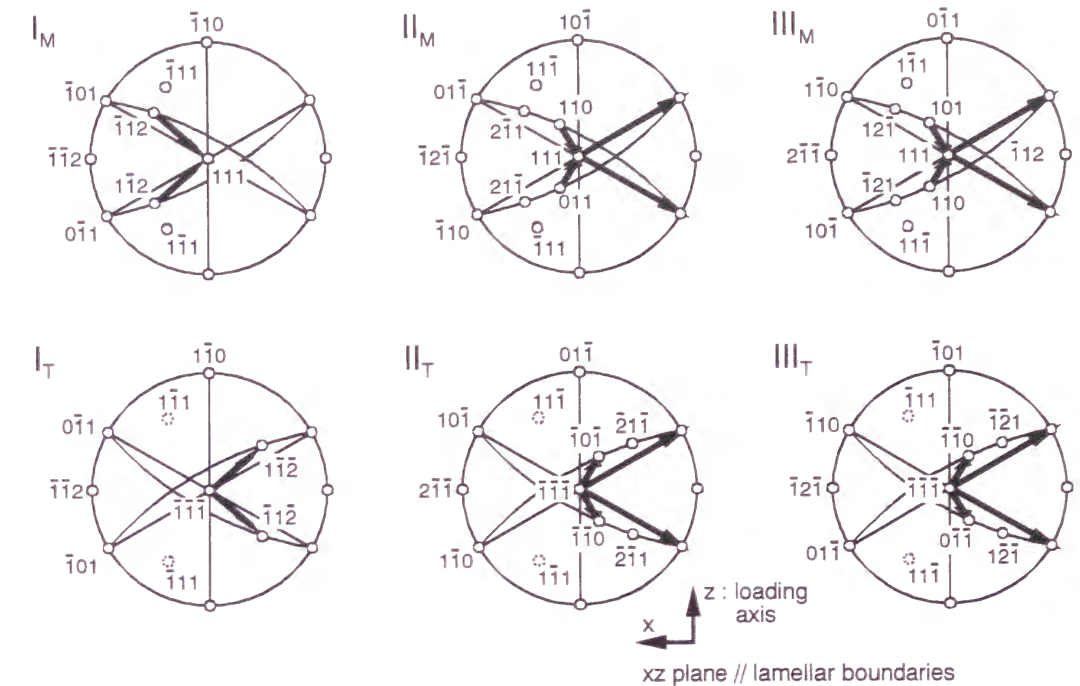


図 2.51 A₁ 方位を有する PST 結晶の引張変形時に各 TiAl ドメインで活動する変形モードのせん断方向.

ここで $e_{xx} : e_{yy} : e_{zz} = -2 : -1 : 3$ であり、 e_{xy}/e_{yy} の値はドメイン I_M に対しては $\sqrt{2}$ 、ドメイン I_T に対しては $-\sqrt{2}$ である。

残りのドメインではそれぞれのすべり面上で $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位と $\langle 011 \rangle$ 超格子転位が活動する。 $1/2\langle 112 \rangle$ 超格子転位も観察されているが、これは $\langle 011 \rangle$ 超格子転位の分解により生じていると考えられるため、その塑性変形への寄与は $\langle 011 \rangle$ 超格子転位のものに含まれるものとする。いま $1/2\langle 110 \rangle$ 普通転位と $\langle 011 \rangle$ 超格子転位に対する S パラメータの比を 2 : 1 と仮定すると、これらのすべり変形の合成によるマクロなせん断方向は $\langle 121 \rangle$ 方向となる(図 2.51-ドメイン II_M, II_T, III_M, III_T)。このときドメイン II_M, II_T, III_M, III_T に生じる塑性歪も式(7)で表すことができる。ただし、マトリクス・バリエーションに対する e_{xy}/e_{yy} の値は $\sqrt{2}$ 、ツイーン・バリエーションに対するものは $-\sqrt{2}$ である。このように A₁ 方位の引張変形においてもすべての TiAl ラメラそれぞれが式(7)であらわされるような変形をする一枚の均質な板とみなすことができ、同一 TiAl ラメラ内の隣接する TiAl ドメイン間および TiAl/TiAl 層状組織境界面での歪の適合性は満足される。また TiAl ラメラ全体で見た場合、 e_{xy} 成分がマトリクス・ラメラとツイーン・ラメラで相殺されるため、歪は垂直歪成分のみとなる。

Ti₃Al ラメラの変形は圧縮変形の場合と同様に 2 組の柱面すべりによりおき、生じる歪成分は式(6)であらわされる。TiAl ラメラと Ti₃Al ラメラに対する e_{zz} の値を等しくなることを考慮した場合、明らかに e_{xx} の値に差が生じる。したがって TiAl/Ti₃Al 層状組織境界面では単純には歪の連続性が満たされない。引張変形後の試料の表面観察において Ti₃Al ラメラに多数のクラックが観察されたが(図 2.41)、このように歪の連続性が塑性変形により十分に保たれなかったために TiAl/Ti₃Al 層状組織境界面に蓄積することになった歪が関与しているものと考えられる。PST 結晶の A₁ 方位中の Ti₃Al ラメラと同じ方位関係を持つ Ti₃Al 相単結晶は室温で 200%以上の引張伸びを示すのに対し、PST 結晶中の Ti₃Al ラメラには 10%程度の塑性変形量でもクラックが生じていた。単結晶の引張試験は単純な一軸引張であるのに対し、PST 結晶中の Ti₃Al ラメラに関しては歪の連続性を満たすために TiAl/Ti₃Al 層状組織境界近傍に発生する付加的な応力のため多軸応力状態になっていることが予想される。このことが PST 結晶中に存在する Ti₃Al ラメラのクラックの発生を促進しているものと考えられる。また二相化合物中では酸素などの格子間原子が Ti₃Al 相の方によく吸収されることが知られている(Uemori, Hanamura and Morikawa 1992, Denquin, Naka, Huguet and Menand 1993, Nerac-Partaix and Menand 1996, Menand, Huguet, Nerac-Partaix 1996)。このような酸素などの格子間原子の濃度の変化は Ti₃Al 相の機械的性質に影響を及ぼす(Balsone 1989)。したがって PST 結晶中に少量含まれている Ti₃Al 相に酸素が濃化することにより Ti₃Al 相が脆化していることも考慮に入れる必要があると思われる。

Ti₃Al の体積率が 4%弱と非常に少ないので、A₁ 方位の PST 結晶を引張変形した場合のマクロな形状変化には主として TiAl ラメラの変形の性質が現れる。実際に観察されたマクロな形状変化に現れる垂直歪の比の値は、TiAl ドメインが式(7)であらわされるような歪を生じる場合に予想されるマクロな垂直歪の比の値とよく一致している。

2.4.2.4. A₂ 方位の PST 結晶の変形

A₂ 方位の PST 結晶の圧縮変形時に観察された変形モードのせん断方向をステレオ投影したものを図 2.52 に示す。観察された変形モードは黒い矢印で示してある。A₂ 方位中の各 TiAl ドメインにはせん断変形がおこりうるすべり面が 3 種類あるのだが、このうち変形が観察されたのはいずれの場合も 1 つの{111}面であった。図 2.52 に示すようにドメイ

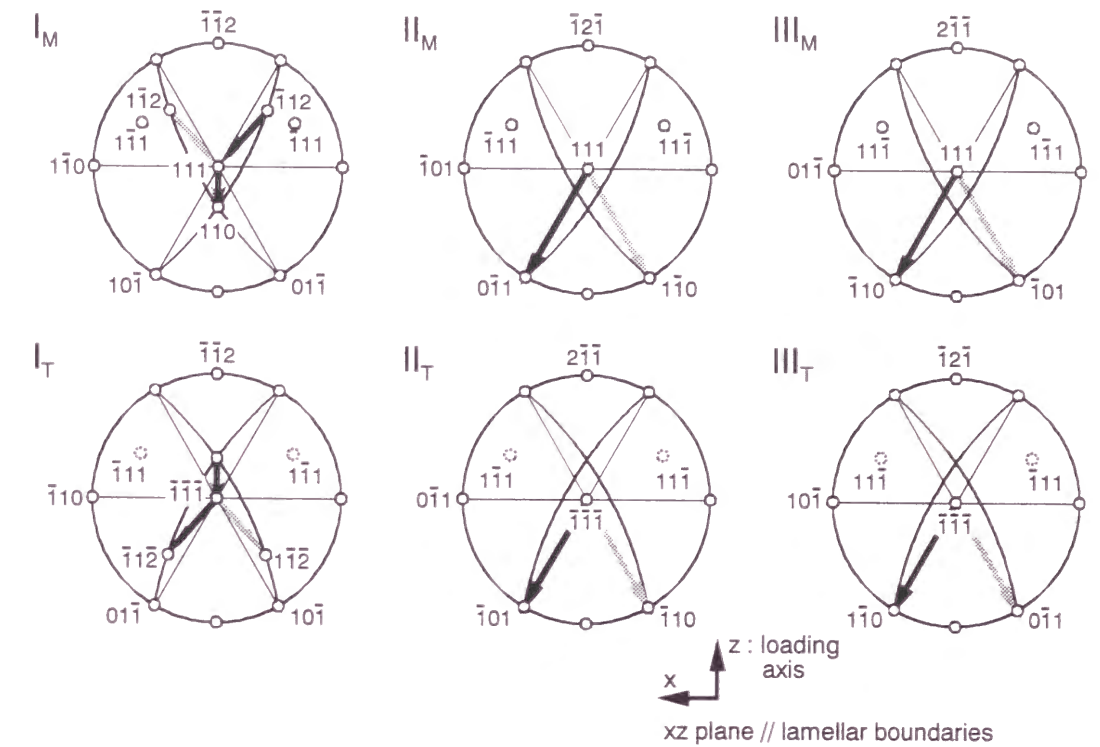


図 2.52 A₂ 方位を有する PST 結晶の圧縮変形時に各 TiAl ドメインで活動する変形モードのせん断方向。

ン I_M, II_M, III_M においてせん断変形がおこる面は、荷重軸との幾何学的な方位関係が等価な面であった。またドメイン I_T, II_T, III_T でせん断変形のおこる面は、ドメイン I_M, II_M, III_M のせん断変形のおこる面と層状組織境界に対して鏡面对称の関係にある面である。

ドメイン III_M においては(11 $\bar{1}$)面上で 1/2[$\bar{1}$ 10]普通転位のみが活動していた。この変形モードのみの活動により生じる塑性歪は次のように与えられる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & e_{xy} & e_{xz} \\ e_{xy} & 0 & e_{yz} \\ e_{xz} & e_{yz} & e_{zz} \end{pmatrix} \quad (8).$$

ここで $e_{xx} = -e_{zz}$, e_{xy}/e_{zz} , e_{xz}/e_{zz} , e_{yz}/e_{zz} の値はそれぞれ $-\sqrt{6}/12$, $\sqrt{3}/3$, $\sqrt{2}/4$ である。ドメイン III_T で活動する変形モードも普通転位のみであり、その活動による塑性歪も式(8)であらわされる。ただし、ツイーン・バリエーションに関しては e_{xy}/e_{xx} , e_{xz}/e_{xx} , e_{yz}/e_{xx} の値はそれぞれ $\sqrt{6}/12$, $\sqrt{3}/3$, $-\sqrt{2}/4$ となる。

ドメイン II_M, II_T では図 2.52 の黒い矢印で示すような $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位が活動する。こ

ここでは B_2 方位の圧縮変形や A_1 方位の引張変形の場合と同様に、超格子転位の分解により生じると考えられる転位の寄与については考慮に入れないことにする。 $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 超格子転位のみの活動により生じる塑性歪も式(8)で与えられる。

ドメイン I_M では、シュミット因子が等しい変形双晶は 3 種類存在しているのだが、観察されたのはこのうちの $(1\bar{1}1)[1\bar{1}\bar{2}]$ 変形双晶のみであった。ドメイン I_M においてはこのタイプの変形双晶と普通転位が活動している。これら 2 種類の変形モードの活動により、このタイプのドメインのマクロなせん断方向が $[10\bar{1}]$ 方向となれば、このドメインの変形も式(8)で表すことができる。同様にドメイン I_T においてもマクロなせん断方向が $[01\bar{1}]$ 方向となれば、歪を式(8)で表すことができる。

以上のように A_2 方位の圧縮変形の場合、すべての TiAl ドメインが 1 方向へせん断変形する。このとき、各 TiAl ラメラ内の TiAl ドメインに生じる歪はすべて等しくなることができる。これにより同一 TiAl ラメラ内の隣接する TiAl ドメイン間および TiAl/TiAl 層状組織境界面での歪の適合性を満足されることとなる。このように A_2 方位の場合もすべての TiAl ラメラは 1 枚の均質な板とみなせる。

PST 結晶中の TiAl 相ではマトリクス・バリエーションとツイン・バリエーションが同じ頻度で存在していることを考慮に入れると(Yang and Wu 1991, Inui et al. 1992c), e_{xy} , e_{yz} 成分は相殺されるので、TiAl ラメラ全体での平均の歪は式(9)で与えられることになる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & 0 & e_{xz} \\ 0 & 0 & 0 \\ e_{xz} & 0 & e_{zz} \end{pmatrix} \quad (9).$$

Ti_3Al ラメラの変形は TiAl ラメラが 1 方向へのみせん断されることに対応して、1 組の柱面すべりのみが活動するものと考えられる。1 種類の柱面すべりが活動した場合に生じる歪成分も式(9)であらわされる。TiAl/ Ti_3Al 層状組織境界面での歪の連続性に関与する成分は e_{xx} , e_{zz} , e_{xz} であるが、これらの値は TiAl ラメラ, Ti_3Al ラメラで等しいため、TiAl/ Ti_3Al 層状組織境界面での歪の適合性も満たされることになる。

各ドメインの変形モードから、マクロな変形は式(9)であらわされるような変形をすることが予想される。実際に観察されるマクロな形状変化と比較してみると、垂直歪に関する関係、 $e_{xx} = -e_{zz}$, $e_{yy} = 0$ という関係がほぼ満たされている。また、 e_{xz} に対応するような

せん断変形も観察される。

各 TiAl ドメインにおいてそれぞれ 1 つの $\{111\}$ 面での変形のみが観察されたが、各ドメインでは荷重軸との方位関係が等価なもうひとつのすべり面が存在している。それらのすべり面は観察されたすべり面と荷重軸に平行な $\{1\bar{1}0\}$ 面に関して鏡面对称の関係にあり、またそれらの面上には図 2.52 中の灰色の矢印で示したようなシュミット因子の観点からは等価な変形モードが存在している。図 2.52 中の灰色の矢印で示した変形モードが観察されなかった理由については、現在のところ不明である。

A_2 方位の引張変形時に観察される変形モードの組み合わせは、 A_1 方位の圧縮変形時に観察される変形モードの組み合わせと本質的に同じものである。このため 6 種類の TiAl ドメインの歪は次のようにあらわされる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e_{yz} \\ 0 & e_{yz} & e_{zz} \end{pmatrix} \quad (10).$$

ここで $e_{xx} = -e_{zz}$, $e_{yz}/e_{zz} = \pm\sqrt{2}/4$ である。 e_{yz} の値はマトリクス・バリエーションについては正であり、ツイン・バリエーションについては負の値となる。 A_1 方位の圧縮変形時には $e_{xy} \neq 0$ だったが、 A_2 方位の引張変形時には $e_{yz} \neq 0$ となる。この違いは単純に荷重軸と各変形モードの相対的な位置関係の違いに起因するものである。TiAl ラメラの変形により生じる歪を全体で平均すると、 A_1 方位の圧縮変形と同様に式(6)となる。また Ti_3Al ラメラの変形も式(6)であらわされる。このため A_2 方位の引張変形の場合も A_1 方位の圧縮変形時と同様に TiAl/ Ti_3Al 層状組織境界において歪の連続性が保たれる。 A_1 方位の引張変形時の降伏応力と A_2 方位の引張変形時の降伏応力を比較すると、 A_1 方位のほうがやや高い傾向を示す(Inui et al. 1992b)。これは A_1 方位の場合は TiAl/ Ti_3Al 層状組織境界において歪の適合性が満たされないのに対し、 A_2 方位では TiAl/ Ti_3Al 層状組織境界においても適合性が満たされることと関連しているものと思われる。

2.4.2.5. N 方位の PST 結晶の変形

N 方位では荷重軸方位が層状組織境界に垂直であるので、各 TiAl ラメラ内の 3 種類の TiAl ドメインは、活動可能な変形モードに関してはすべて等価である。実際、すべての TiAl

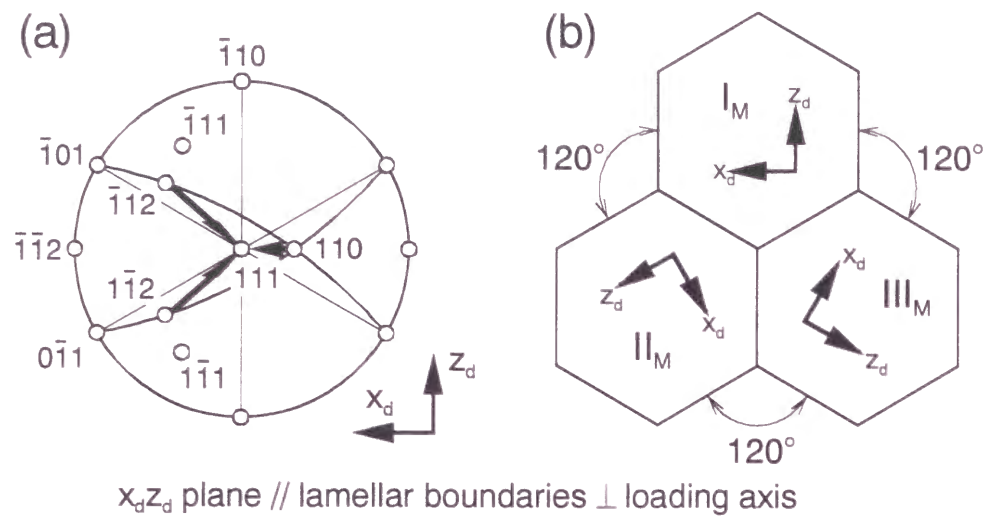


図 2.53 (a)N 方位を有する PST 結晶の圧縮変形時に TiAl ドメインで活動する変形モードのせん断方向と(b)マトリクス・ラメラ内の 3 種類の TiAl ドメインに関する座標系の幾何学的関係。

ドメインはそれぞれの($\bar{1}11$)面と($1\bar{1}1$)面上において変形双晶と普通転位が活動する。活動する変形モードのせん断方向をステレオ投影したものを図 2.53(a)に示す。各 TiAl ラメラ内のすべての TiAl ドメインが本質的に同じ変形をすることを考慮して、各 TiAl ドメインに固定した座標系(x_d, y_d, z_d)を用いて考える。ここで(x_d, y_d, z_d)はマトリクス・バリエーションに関してはドメイン I_M の(x, y, z)に等しく、ツイーン・バリエーションに関してはドメイン I_T のものに等しいとする(表 2.1 参照)。一つの TiAl ラメラに着目すると、ドメイン I_M, II_M, III_M それぞれの座標系は図 2.53(b)で示したように、 y_d 軸まわりに互いに 120°回転した関係にある。($\bar{1}11$)面と($1\bar{1}1$)面上の普通転位が等量活動し、また変形双晶も等量活動したと仮定した場合に各ドメインに生じる塑性歪を、ドメインに固定した座標系であらわすと次のようになる。

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & e_{xy} & 0 \\ e_{xy} & e_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & e_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{for matrix variants (11),}$$

$$e_{ij} = \begin{pmatrix} e_{xx} & -e_{xy} & 0 \\ -e_{xy} & e_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & e_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{for twin variants (12).}$$

すべてのドメインが式(11)もしくは(12)であらわされるような変形をした場合、各 TiAl

ラメラ内では層状組織境界に垂直な方向に 120°回転した方向へ等価な変形をする 3 種類のドメインがランダムに存在しているので、TiAl ドメインは互いの変形を拘束し合いながら変形する。その結果 TiAl ラメラ全体として見た場合には荷重軸まわりに関して等方的な変形をすることが予想される。実際、10%の塑性変形後の試料の形状はいずれの方向から見ても樽上の形状変化をしており、予想されるような等方的な変形をしていることがわかる。

ここで同一ラメラ内のドメイン間および層状組織境界における歪の適合性に着目してみると、真の双晶関係にある TiAl/TiAl 層状組織境界を除いて、その他の層状組織境界、および各 TiAl ラメラ内の TiAl ドメイン間の境界において歪の連続性は式(11)もしくは(12)で示すような変形をただけでは明らかに満たされない。このように N 方位においては TiAl ラメラ内の各ドメインのそれぞれがドメインに付した座標系に関して同じ歪成分を出すように変形すると、隣接するドメイン間に歪の不適合が発生するため、界面近傍で弾性歪の蓄積、さらなる多重変形の発生が必要となってくる。また PST 結晶中の Ti₃Al ラメラの荷重軸方位は[0001]方位となっているのだが、この方向から Ti₃Al 単相単結晶を圧縮した場合の変形応力は高いため、N 方位の PST 結晶中の Ti₃Al ラメラは塑性変形しない(Inui et al. 1993, Yoshimura, Minonishi and Otsuka 1993, 高濱 1997)。このため、Ti₃Al ラメラも TiAl 相の変形を拘束し、付加的な変形を誘起することになる。このような付加的な変形については現在のところ明らかではなく、更なる研究が必要である。

2.4.3. 1000°C 付近の温度域における PST 結晶の変形機構

いずれの方位に関しても 1000°C で観察される変形組織は 800°C 以下のものと大きく異なっていた。800°C 以下の場合に比べて特徴的なのは、変形双晶の活動する割合が減り、普通転位が主として活動すること、シュミット因子がゼロであるような転位が多数観察されることである。普通転位は 800°C 以下の温度域ではらせん方向へ配向する傾向にあるが、1000°C ではもはや優先的な配向方向は見られず、特にらせん転位はほとんど観察されなくなる。また普通転位はいずれの方位の試料においても sub-boundary を形成する傾向にあることである。このような傾向や、シュミット因子がゼロとなっている転位が観察されることから考えると、1000°C での変形には転位の上昇運動が重要な役割を担っている

ものと考えられる。

1000°C における PST 結晶の変形が低温のものと大きく異なる原因には、TiAl 相の変形に拡散現象が関与してくること以外に Ti₃Al 相の影響も関与していると考えられる。図 2.46 に示した Ti₃Al 単結晶の降伏応力の温度依存性からも明らかなように、1000°C では PST 結晶の N 方位に対応する Ti₃Al 単結晶の降伏応力は急激に低下し、その値が A₁ 方位に対応する方位のものの値に近づく傾向を示す。このことは 1000°C では c 軸を含む方向へのせん断変形も起こりうる状態になっていることを意味している。このため、低温変形時に存在していた Ti₃Al ラメラによる変形の拘束が弱まり、800°C 以下の変形と大きく異なる傾向を示したものと考えられる。

2.4.4. PST 結晶の機械的性質

2.4.4.1. PST 結晶の降伏応力、引張伸びの方位依存性

これまで述べてきた PST 結晶の変形機構は次の 3 種類に分類できる。

- (1) 層状組織境界と荷重軸が傾いている場合(B₁, B₂方位) : easy type.
- (2) 層状組織境界と荷重軸が平行な場合(A₁, A₂方位) : hard type - A.
- (3) 層状組織境界と荷重軸が垂直な場合(N方位) : hard type - N.

以下ではこれらの 3 種類の変形機構の違いから低温での変形応力、引張伸びの方位依存性を考察する。

B₁, B₂ 方位の場合は TiAl ラメラ中で層状組織境界に平行な(111)でのせん断変形が起こることにより変形が進行する。これは TiAl 相のドメイン構造と Ti₃Al ラメラの存在により層状組織境界に垂直な方向への変形が拘束されているためであると考えられる。しかし層状組織に平行に変形であるので変形の伝播に対する大きな障害である Ti₃Al 相や層状組織境界が変形には直接関与しない。さらに各 TiAl ラメラ中のすべての TiAl ドメインに関してすべり面が連続するといった特徴があらわれる。またすべての TiAl ドメインが同じ歪成分を出すという、ある種協力現象的とも言える変形をすることにより各 TiAl ラメラ内のドメイン境界においてマクロな歪の連続性が保たれている。このような特徴のため B₁, B₂ 方位ではせん断変形の伝播に対する大きな障害が存在しないと考えられるので、降伏

応力は非常に低い値を取り、また引張伸びの値が高くなるものと考えられる。

A₁, A₂ の場合、変形は層状組織境界およびドメイン境界における塑性歪の適合性を最大限に保つように変形し、マクロには層状組織境界を保存するような形状変化をする。このことが A₁, A₂ 方位において室温大気中においても 10%程度の引張伸びが得られた原因であると考えられる。A₁, A₂ 方位の PST 結晶がこのような変形を起こす原因も B 方位の場合と同様に TiAl 相のドメイン構造と Ti₃Al ラメラの存在により層状組織境界に垂直な方向への変形が拘束されているためであると考えられる。このような二次元拘束された状態で、各 TiAl ドメイン内のせん断変形は層状組織境界と交差している{111}面においてせん断変形が起こる。一般にマトリクス・バリエーションとツイン・バリエーションのすべり面は連続ではないため、層状組織境界面が変形の伝播に対する抵抗となることが予想される。しかしながら、1 つの TiAl ラメラ内の 3 種の TiAl ドメインがすべてマクロには同じ塑性変形をすること、マトリクス・バリエーションとツインバリエーション間の層状組織境界でのマクロな塑性歪の連続性が保たれることから考えると、A₁, A₂ 方位の場合も B₁, B₂ 方位の場合と同様にマクロにはドメイン間およびラメラ間の塑性変形の伝播が大きな問題とはならないと考えられる。B₁, B₂ 方位では各ドメインでの変形モードの平均自由行程は TiAl ドメインのサイズに対応するのに対し、A₁, A₂ 方位ではせん断変形が起こる面は層状組織境界面を横切る{111}面であるので、平均自由行程は TiAl ラメラの平均間隔に対応した値となる。表 2.4 に示したように TiAl ラメラの平均厚さはドメインサイズの 1/50 程度であることから考えると、A₁, A₂ 方位の PST 結晶が B₁, B₂ 方位の PST 結晶と比較して高い変形応力を示す原因としては変形モードの平均自由行程の違いが考えられる。

N 方位の場合、TiAl 相の変形は A 方位の場合と同様に層状組織境界と交差する{111}面上でおこる。しかしながら A 方位の場合はすべての TiAl ドメインに対して共通なせん断方向を取ることによりすべての TiAl ドメインが PST 座標系で見たときに等価な変形をすることができたのに対し、N 方位の場合は各 TiAl ラメラ内の 3 種類の TiAl ドメインがそれぞれ層状組織境界に垂直な軸のまわりに 120°ずつ回転した方向に対して等価な変形をするため、PST 座標系で見た場合には等価な変形とはなり得ない。このため各 TiAl ラメラ内の TiAl ドメインは互いの変形を拘束しあっていると考えられる。さらに Ti₃Al 相は c

軸方向を含むせん断変形が困難なため、それ自身は変形せず TiAl 相の変形を拘束していると考えられる(Inui et al. 1993, Yoshimura et al. 1993). このように N 方位では各 TiAl ドメインが 3 次元的な拘束を受けた状態で変形することになる. またそれぞれのドメインがドメイン自身の座標系に関して等価に塑性変形した場合には TiAl ドメイン境界, 層状組織境界において歪の適合性が簡単には満たされない. これらのことが他の方位に比べて非常に高い変形応力, 高い加工硬化率を示す主な原因であると考えられる.

2.4.4.2. 降伏応力の温度依存性

PST 結晶の降伏応力の温度依存性は 3 つの領域に分類できる. まず温度の上昇に伴い降伏応力が低下する低温域, 温度によらずほぼ一定の値となる中温域, 再び温度上昇に伴い降伏応力が低下する高温域である. ただし, B₁ 方位の場合はこれら傾向は明瞭にはあらわれていない. 低温域での降伏応力の温度依存性は, TiAl 単相化合物において観察されてるものとほぼ同様である(Sriram et al. 1995, Viguer, Hemker, Bonneville, Louchet and Martin 1995, Inui, Matsumuro, Wu and Yamaguchi 1997). この温度域での変形は何らかの熱活性化過程で律速されていると考えられる. TiAl 単相化合物を用いた研究では, 低温域での変形応力の温度依存性は, 普通転位, 超格子転位に対するパイエルス・ポテンシャルの影響や超格子転位に形成される faulted dipole の影響であると考えられている(Viguer et al. 1995). 本研究においても低温域ではらせん方向に長く配向した普通転位が観察されていること, また超格子転位から形成された faulted dipole が多数観察されていることから考えると, 低温域での降伏応力の温度依存性は TiAl 単相単結晶の場合と同様の機構によるものであると考えられる. 中温域, 高温域での降伏応力の温度依存性は荷重軸方位によりそれぞれ異なる傾向を示す. 以下では中温域での降伏応力の温度依存性の原因について方位別に考察する.

B₁ 方位の降伏応力は全温度域において温度上昇に伴い単調に減少する. この方位の変形は TiAl ラメラの層状組織境界に平行な(111)でのせん断変形であるため, Ti₃Al ラメラは変形には直接関与していない. このため B₁ 方位で観察される降伏応力の温度依存性は Ti₃Al 相と平衡する TiAl 相の降伏応力の温度依存性をあらわしていると考えられる. しかし B₁ 方位の PST 結晶が示す降伏応力の温度依存性は, Al-rich 組成を持つ TiAl 単相単結晶で観

察される降伏応力の温度依存性と大きく異なっており, Al-rich 組成の TiAl 単相単結晶の降伏応力に観察されるような 800~1000°C で強度のピークを持つ顕著な逆温度依存性(Kawabata, Kanai and Izumi 1985, Kawabata, Abumiya, Kanai and Izumi 1990, Sriram et al. 1995, Viguer et al. 1995, Inui et al. 1997)は見られない. 最近の Ti-56at.%Al 組成を持つ TiAl 単相単結晶を用いた研究によれば, <011]超格子転位または 1/2<110]普通転位のみが活動するような方位での室温圧縮試験で得られた降伏応力は, それぞれ 250~280MPa および 350MPa であり(Inui et al. 1997), B 方位の PST 結晶と同様な変形が起こる方位の降伏応力(100~200MPa)より非常に高い値を示している(Fujiwara, Nakamura, Hosomi, Nishitani, Shirai and Yamaguchi 1990, Inui, Oh, Nakamura and Yamaguchi 1992b). このことから B₁ 方位において逆温度依存性が観察されなかった原因として, TiAl 相で活動する各変形モードの性質が組成に大きく依存していることが考えられる. また二相化合物中では格子間原子である酸素が Ti₃Al 相に優先的に吸収される結果, TiAl 相が純化されているという考えもあり(Uemori et al. 1992, Denquin et al. 1993), このことも変形モードの性質の変化に影響しているものと考えられる.

A₁ 方位では 800°C 付近で非常に弱い逆温度依存性が観察される. 同様の強度のピークは Umakoshi ら(1992)により観察されている. この方位においてはせん断変形は層状組織境界と交差する(111)面上で起こるため, 変形には必然的に Ti₃Al の影響および層状組織境界の影響を受ける. ここで B₁ 方位の結果から考えると, 二相化合物中の TiAl 相は強度の逆温度依存性を示さないと思われる. また A₁ 方位中の Ti₃Al 相では柱面すべりが活動するが, この柱面すべりも逆温度依存性を示さない(Minonishi 1991, Umakoshi et al. 1993). したがってここで観察された逆温度依存性は構成相である TiAl 相および Ti₃Al 相自身の本質的な変形挙動を反映しているものではないと考えられる. おそらく TiAl 相および Ti₃Al 相の格子定数や弾性定数の温度変化などに起因した層状組織境界およびその近傍の性質の変化が影響していると考えられる. これまでの考察では TiAl 相が正方晶であること, また TiAl 相の(111)面上の 3 つの<1 $\bar{1}$ 0>方向と Ti₃Al 相の 3 つの<11 $\bar{2}$ 0>方向の近接原子間距離の違いなどは考慮に入れていない. しかしこれらは TiAl/TiAl 層状組織境界面, TiAl/Ti₃Al 層状組織境界面の整合性に大きく関与しており, 界面および界面近傍の性質を変化させる.

実際、TiAl/Ti₃Al 層状組織境界面は半整合界面であり、TiAl/TiAl 層状組織境界面の中にも半整合界面が存在している(Zhao and Tangri 1991, Hazzeldine, Kad, Fraser and Dimiduk 1992, Kad, Hazzeldine 1992, Dimiduk, Sun and Hazzeldine 1995). 半整合界面には格子状の界面転位が存在しており、これらの一部が転位源となることが予想される。また界面近傍には弾性的に歪んだ領域が存在しており、これらが転位の易動度に影響を及ぼしていることも考えられる。したがってこのような半整合界面の整合性が温度変化に伴って変化すれば、機械的性質に何らかの影響を及ぼすと考えられる。しかしながら現時点では TiAl 相、Ti₃Al 相の格子定数の温度変化に関する詳しいデータが得られておらず、実際にどのようなことが起こっているかについては不明である。また 1000°C 付近の高温域で変形応力が急激に低下することが観察されたが、これには TiAl 相の変形に転位の上昇運動が関与していることや TiAl ラメラ自身の安定性が低下していること、Ti₃Al 相の拘束力の低下などが関与していると考えられる。

N 方位に関しては逆温度依存性は観察されなかった。このことは Umakoshi ら(1992)の観察結果と一致していない。Umakoshi らは強度のピークの原因を Ti₃Al の錘面すべりに見られる逆温度依存性(Minonishi 1991, Umakoshi et al. 1993)に起因するものとしている。しかし Ti₃Al 相の錘面すべりが活動する方位の降伏応力が PST 結晶の N 方位のものにくらべて非常に高いこと、さらに本研究において N 方位の PST 結晶中の Ti₃Al 相では塑性変形が見られなかったことから考えると、Ti₃Al 相の変形挙動が N 方位の降伏応力の温度依存性に直接反映されているとは考えにくい。N 方位の降伏応力は 3 次元拘束下にある場合の TiAl 相の降伏応力をあらわしていると考えられる。800°C 付近までは温度上昇とともに降伏応力は減少する。この傾向は B₁ 方位のものと同様である。B₁ 方位の場合と違って 1000°C 付近では降伏応力が急激に低下しているが、これは A₁ 方位の場合と同様に TiAl ラメラの安定性の低下や Ti₃Al 相の拘束力の低下が関与していると考えられる。

2.4.4.3. 引張伸びの温度依存性

二相化合物の多結晶体を用いた研究では 700~800°C において引張伸びの急激な増大が観察されている(Lipsitt et al. 1975, Huang and Hall 1991, Shih et al. 1991, Krishnamurthy and Kim 1991). これに対して A₁, B₁ 方位の PST 結晶では急激な引張伸びの増大は 600°C 付

近から観察された。600°C という温度は多結晶のものに比べてかなり低い値である。このことから多結晶の延性が増大する機構と、PST 結晶の延性が増大する機構は異なることが考えられる。PST 結晶を 800°C 以上の温度域で引張試験した場合、再結晶粒が観察されるようになる(図 2.42, 図 2.43, 図 2.44). このことから多結晶の延性増大には変形中の再結晶粒の生成が重要な役割を果たしており、再結晶が容易に起こりうる温度域になってはじめて発現するものと考えられる。これに対して、PST 結晶の引張伸びが急激に増大する 600°C では再結晶は起こっておらず、変形機構は低温のものと同様であった(図 2.40). したがって PST 結晶の引張伸びの増大にはおそらく TiAl 相そのものの変形モードの易動度が増大したことが関与しているものと考えられる。また A₁ 方位では 400°C 以下の温度域では Ti₃Al 相にマイクロクラックが見られたが、600°C では観察されなかった(図 2.41). このようなマイクロクラックが存在している場合でも真空中で 20%程度の引張伸びを示す。これは層状組織中の TiAl 相は十分な変形能を有しており、Ti₃Al ラメラに形成されたクラックが TiAl ラメラに容易には伝播しないことを意味している。また 600°C において伸びが増大したことにはマイクロクラックが形成されなくなったことも何らかの影響を及ぼしていると考えられる。マイクロクラックの原因としては§2.4.2.3.で述べたように TiAl/Ti₃Al 層状組織境界面での歪の適合性の影響が考えられる。したがって 600°C においてマイクロクラックが形成され無くなったのは、TiAl 相中の変形モードの活動が容易となったことに対応して界面近傍における付加的な変形が比較的容易に起こるようになり、歪の適合性が局所的に満たされるようになったためであると考えられる。

2.4.5. 多結晶体の変形への応用

TiAl 相のドメイン構造と層状組織境界に垂直な軸に対する対称性を考慮して、すべての等価な荷重軸方位をあらわすと図 2.54 のようになる。本研究では 5 つの方位に関してその変形機構を調べた。これは図中の影をつけたステレオ三角形中の方位を調べたことに対応しており、このステレオ三角形中の任意の荷重軸方位の変形に関しては、本研究の結果からある程度予測可能であると考えられる。

層状組織境界と荷重軸が傾いている方位ではせん断変形の起こる面は層状組織境界に平行な(111)面であり、せん断方向はすべり面上での最大分解せん断応力方向となること

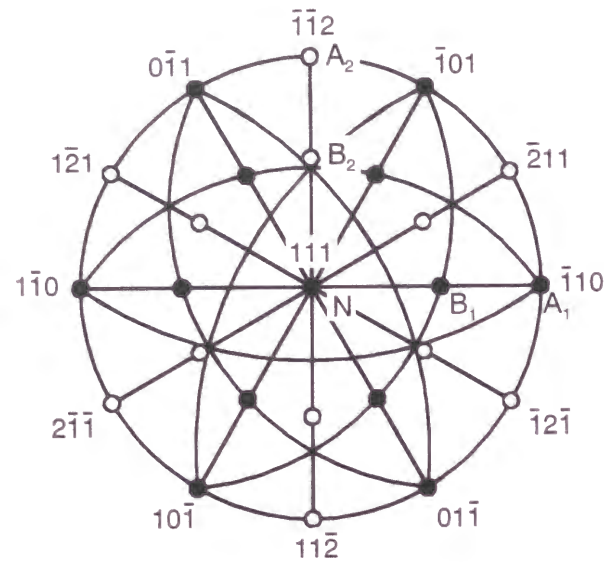


図 2.54 本研究で調べた 5 種類の荷重軸方位と等価な方位のステレオ投影。

が予想される。この場合の歪成分はすべて式(4)であらわされる。層状組織境界と荷重軸が平行な場合、一般的には A_2 方位の圧縮変形時と同様にマクロな変形方向は層状組織境界面に平行な一方向となることが予想される。この場合の歪成分は式(9)であらわされる。

A_1 方位, A_2 方位では、荷重軸に対する対称性から考えた場合に等価なせん断方向が 2 つ存在しており、これらが等量活動することにより式(6)であらわされるような変形をすることが可能であると考えられる。

このような PST 結晶のマクロ変形に関する知見を用いることにより結晶粒間の相互作用を明らかにすることが可能となると考えられる。最近 TiAl/Ti₃Al 二相化合物の集合組織に関する研究や、有限要素法などにより単結晶の変形から多結晶の変形を評価するような研究が頻繁に行われるようになっている(Seeger and Mecking 1993, Mecking, Hartig and Kocks 1996, Dao, Kad and Asaro 1996, Kad and Asaro 1997, Schlögl and Fisher 1997, Uhlenhut, Willems, Brokmeier, Bartel and Mecking 1997)。これらの研究に本研究の成果が応用されれば、より現実に即した評価が可能となると考えられる。

2.5. 結言

TiAl/Ti₃Al 二相層状組織を一方向に制御した TiAl PST 結晶の圧縮、引張試験を荷重軸お

よび温度の関数として行い、層状組織粒の機械的性質、変形組織について系統的に調べた。得られた結果は次のようにまとめられる。

- (1) PST 結晶の降伏応力は全温度域で荷重軸方位に大きく依存する。層状組織境界と荷重軸が垂直な N 方位で最も高くなり、次に平行に荷重した A_1 方位の場合に高い値を示す。これに対し中間の方位では A_1 , N 方位に比べて圧倒的に低い値を取る。
- (2) A_1 および N 方位の PST 結晶の降伏応力は低温域と高温域では温度上昇に伴い急激に低下し、中温域では温度上昇に伴い緩やかに低下する。 A_1 方位では 800°C 付近で非常に弱い逆温度依存性を示す。中間の方位である B_1 方位では全温度域で温度上昇に伴い単調に低下する。
- (3) A_1 方位と B_1 方位の引張伸びの値は 200°C 付近まではほぼ一定の値を取る。本質的な引張伸びは 400°C 付近から 600°C までは温度上昇とともに増大する。800°C 以上の温度域では動的復旧過程を伴った局所変形を生じるため、温度上昇とともに一様伸びの値は減少する。N 方位の場合は全温度域において弾性域で破断し、引張り伸びを示さない。
- (4) TiAl 相中で活動する変形モードは 800°C 以下の温度域では、変形双晶、普通転位、 $\langle 101 \rangle$ 超格子転位である。いずれの変形モードが活動するかについては主として TiAl ドメインの結晶方位に依存している。
- (5) 800°C 以下の温度域では 3 種類の変形モードのうち変形双晶が最も容易に活動し、次に普通転位、超格子転位の順に活動が困難となる。しかしそれらの CRSS の差は小さく、2%程度の塑性歪ですべての変形モードが観察される。
- (6) 1000°C 付近では変形双晶の活動する割合が減少し、普通転位が主として活動する。
- (7) 層状組織に平行に変形した場合、Ti₃Al ラメラは柱面すべりにより変形するのに対し、垂直方位や中間方位においては Ti₃Al 相は塑性変形しない。
- (8) 層状組織境界に平行に荷重した場合のマクロ変形は層状組織境界に垂直な方向への垂直歪がゼロもしくは平行な方向に比べて非常に小さい値となるような変形をする。垂直に荷重した場合には荷重軸まわりの方向に対して等方的な変形をする。中間の方位ではせん断変形が層状組織境界に平行な TiAl 相の(111)面で起こり、単結晶的

な形状変化を示す.

- (9) TiAl 相で観察されるミクロな変形モードから式(4)-(12)のように導いた歪テンソルにより 5 種類の方位の異なる PST 結晶のマクロな塑性歪を記述することが可能である.
- (10) TiAl ドメイン間および層状組織境界間での歪の適合性は TiAl ドメインにおいて活動する変形モードの選択, 降伏応力の方位依存性に大きな影響を及ぼす.

参考文献

- Balsone, S.J., 1989, Oxidation of High-Temperature Intermetallics edited by T. Grobstein and J. Doychak (Warrendale, Pennsylvania: Mineral, Metals & Materials Society), p. 219.
- Beaven, P.A., Appel, F., Dogan, B., and Wagner, R., 1992, Ordered Intermetallics – Physical Metallurgy and Mechanical Behaviour, edited by C.T. Liu, R.W. Cahn and G. Sauthoff (Dordrecht: Kluwer), p. 413.
- Court, S.A., Vasudevan, V. K., and Fraser, H.L., 1990, Phil. Mag. A, 61, 144.
- Dao, M., Kad, B.K., and Asaro, R.J., 1996, Phil. Mag. A, 74, 569.
- Denquin, A., Naka, S., Huguet, A., and Menand, A., 1993, Scripta Metall. Mater., 28, 1136.
- Dimiduk, D.M., Sun, Y.Q., and Hazzledine, P.M., 1995, High Temperature Ordered Intermetallic Alloy VI, edited by J. Horton, I. Baker, S. Hanada, R.D. Noebe and D.S. Schwartz (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 599.
- Fujiwara, T., Nakamura, A., Hosomi, M., Nishitani, S.R., Shirai, Y., and Yamaguchi, M., 1990, Phil. Mag. A, 61, 591.
- Greenberg, B.A., 1973, Phys. Stat. Sol. (b), 55, 59.
- Hall, E.L., and Huang, S.C., 1989, J. Mater. Res., 3, 656.
- Head, A.K., Humble, P., Clarebrough, L.M., Morton, A.J., and Forwood, C.T., 1973, Computed Electron Micrographs and Defect Identification (Amsterdam: North-Holland).
- Hezzledine, P.M., Kad, B.K., Fraser, H.L., and Dimiduk, D.M., 1993, Intermetallic Matrix Composites II, edited by D.M. Miracle, D.L. Anton and J.A. Graves (Pittsburgh,

Pennsylvania: Materials Research Society), p. 81.

- Hook, R.E., and Hirth, J.P., 1967, Acta Metall., 15, 535.
- Huang, S.C., and Hall, E.L., 1991, Metall. Trans. A, 22, 427.
- Hug, G., Loiseau, A., and Lasalmonie, A., 1986, Phil. Mag. A, 54, 47.
- Hug, G., Loiseau, A., and Veyssiere, P., 1988, Phil. Mag. A, 57, 499.
- Inkson, B.J., and Humphreys, C.J., 1995, Phil. Mag. A, 71, 307.
- Inui, H., Matsumuro, M., Wu, D.-H., and Yamaguchi, M., 1997, Phil. Mag. A, 75, 395.
- Inui, H., Nakamura, A., Oh, M.H., and Yamaguchi, M., 1992a, Phil. Mag. A, 66, 557.
- Inui, H., Oh, M.H., Nakamura, A., and Yamaguchi, M., 1992b, Acta metall. mater., 49, 3095; 1992c, Phil. Mag. A, 66, 539.
- Inui, H., Toda, Y., Shirai, Y., and Yamaguchi, M., 1994, Phil. Mag. A, 69, 1161.
- Inui, H., Toda, Y., and Yamaguchi, M., 1993, Phil. Mag. A, 67, 1315.
- Kad, B.K., and Asaro, R.J., 1997, Phil. Mag. A., 75, 87.
- Kad, B.K., and Fraser, H.L., Phil. Mag. A, 69, 689.
- Kad, B.K., Hazzeldine, P.M., and Fraser, H.L., 1993, High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys V, edited by I. Baker, R. Darolia, J.D. Whittenberger and M.H. Yoo (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 495.
- Kad, B.K., and Hazzledine, P.M., 1992 Phil. Mag. Lett., 66, 133.
- Kawabata, T., Abumiya, T., Kanai, T., and Izumi, O., 1990, Acta Metall. Mater., 38, 1381.
- Kawabata, T., Kanai, T., and Izumi, O., 1985, Acta Metall., 33, 1355.
- Kim, Y.-W., Hahn, Y.D., and Whang, S.H., 1991, Scripta Metall. Mater., 25, 543.
- Krishnamurthy, S, and Kim, Y.-W., 1991, Microstructure – Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, edited by Y.-W. Kim and R.R. Boyer (Warrendale, Pennsylvania: Mineral, Metals & Materials Society), p. 149.
- Lee, D.S., Dimiduk, D.M., and Krishnamurthy, S., 1993, High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys V, edited by I. Baker, R. Darolia, J.D. Whittenberger and M.H. Yoo (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 823.

Lipsitt, H.A., Shechtman, D., and Shafrik, R.E., 1975, Metall. Trans. A, 6, 1991.

Mecking, H., Hertig, CH., and Kocks, U.F., 1996, Acta Mater., 44, 1309.

Menand, A., Huguet, A., and Nerac-Partaix, A., 1996, Acta Mater., 44, 4729.

Minonishi, Y., 1991, Phil. Mag. A, 63, 1085.

Morris, M.A., 1994, Phil. Mag. A, 69, 129.

Nerac-Partex, A., and Menand, A., 1996, Scripta Mater., 35, 199.

Peng, L.-M., Ren, G., Dudarev, S.L., Whelan, M.J., 1996, Acta Cryst, A52, 456.

Sastry, S.L.M., and Lipsitt, H.A., 1977, Metall. Trans. A, 8, 299.

Schlögl, S.M., and Fischer, F.D., 1997, Mater. Sci. Engng. A (Proc. 4th Intl. Conf. On High Temperature Intermetallics, San Diego, April 27 - May 1, 1997), to be published.

Seeger, J., and Mecking, H., 1993, Scripta Metall., 29, 13.

Shechtman, D., Blackburn, M.J., and Lipsitt, H.A., 1974, Metall. Trans. 5, 1373.

Shih, D.S., Huang, S.C., Scarr, G.K., Jang, H., and Chesnutt, J.C., 1991, Microstructure – Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys, edited by Y.-W. Kim and R.R. Boyer (Warrendale, Pennsylvania: Mineral, Metals & Materials Society), p. 135.

Sriram, S., Vasudevan, V.K., and Dimiduk, D.M., 1995, Mater. Sci. Engng. A, 192-193, 217.

Tanaka, K., Ichitsubo, T., Inui, H., Yamaguchi, M., and Koiwa, M., 1996, Phil. Mag. Lett., 73, 71.

Uemori, R., Hanamura, T., and Morikawa, H., 1992, Scripta Metall. Mater., 26, 969.

Uhlenhut, H., Willems, St., Brokmeier, H.G., Bartel, A., and Mecking, H., 1997, Mater. Sci. Engng. A (Proc. 4th Intl. Conf. On High Temperature Intermetallics, San Diego, April 27 - May 1, 1997), to be published.

Umakoshi, Y., and Nakano, T., 1992, ISIJ International, 32,1339.

Umakoshi, Y., Nakano, T., Takenaka, T., Sumimoto, K., and Yamane, T., 1993, Acta Metall. Mater., 41, 1149.

Vasudevan, V.K., Stucke, M.A., Court, S.A., and Fraser, H.L., 1989, Phil. Mag. Lett., 59, 299.

Viguer, B., and Hemker, K.J., 1996, Phil. Mag. A, 73, 575.

Viguer, B., Hemker, K.J., Bonneville, J, Louchet, F., and Martin, J.L., 1995, Phil. Mag. A, 71,

1295.

Wunderlich, W., Kremser, T., Frommeyer, G., 1990, Z. Metallk., 81. 802.

Yang, Y.S., and Wu, S.K., 1991, Scripta metall. mater., 25, 255.

Yoshimura, Y., Minonishi, Y., and Otsuka, M., 1993, Proc. of 3rd Japan International SAMPE Symp., edited by M. Yamaguchi and H. Fukutomi, (Tokyo: Japan Chapter of SAMPE) p. 1542.

Zhang, Y.G., Xu, Q., Chen, C.Q., and Li, H.X, 1992, Scripta Metall. Mater., 26, 865.

Zhao, L., and Tangri, K., 1991, Acta Metall. Mater., 39, 2209.

笠原和男, 橋本健紀, 土肥春夫, 辻本得蔵, 1987, 日本金属学会誌, 51, 278.

高濱義久, 1997, 京都大学大学院工学研究科修士学位論文.

第 3 章 TiAl bi-PST 結晶の作製とその変形

3.1. 緒言

第 2 章に示したように PST 結晶を用いた系統的な研究により，層状組織粒そのものの機械的性質や変形機構が明らかとなっている．PST 結晶の機械的性質は層状組織境界面と荷重軸のなす角度(ϕ)に大きく依存する(Fujiwara, Nakamura, Hosomi, Nishitani, Shirai and Yamaguchi 1990, Inui, Nakamura, Oh and Yamaguchi 1992a, Inui, Oh, Nakamura and Yamaguchi 1992b)．Ti-49.3at.%Al の組成を持つ PST 結晶の変形応力は $\phi = 90^\circ$ (N 方位)の場合に最も高く，次に $\phi = 0^\circ$ (A 方位)の場合に高い値を， ϕ が中間の値を取るとき(B, C, D 方位)は前 2 者に比べて圧倒的に低い値を取る．これに対し引張伸びは $\phi = 31^\circ$ の B 方位の時に最も高く，N 方位ではまったく引張伸びを示さない．A 方位の場合は比較的良好な引張延性が得られる．また A 方位に関しては良好な破壊靱性を示すのに対し，N 方位は靱性が非常に乏しい(Yokoshima and Yamaguchi 1996)．さらに層状組織粒本来の変形も荷重軸方位により大きく変化する．層状組織境界と荷重軸が傾いている場合，変形は層状組織境界に平行な TiAl 相の(111)面でのみおこり，各 TiAl ドメインで活動する変形モードは異なっているにもかかわらず，すべての TiAl ドメインが同じ歪成分を出すように変形するため巨視的には単結晶的な変形をする(easy type)．層状組織境界と荷重軸が平行な場合，変形は層状組織境界面と交差する{111}面で起こるがすべての TiAl ドメインの変形方向が同一となるように共同的に変形し，巨視的には層状組織境界に垂直な方向への幅の変化がゼロ，または非常に小さくなるような変形をする(hard type-A)．また層状組織境界に垂直に荷重した場合には TiAl ドメイン同士が互いに変形を拘束し，さらに Ti_3Al 相も変形を拘束する結果，荷重軸まわりに対して等方的な変形をする(hard type-N)．このような層状組織粒本来の性質に関する知見から多結晶体の変形を考えるために，さまざまな方位を有する PST 結晶を拡散接合法により接合することにより双結晶状の結晶(TiAl bi-PST 結晶)を作製してその変形挙動を調べ，層状組織粒同士が形成する結晶粒界が変形に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした．

3.2. 実験方法

3.2.1. bi-PST 結晶の作製

TiAl bi-PST 結晶の作製に用いた TiAl PST 結晶は、Ti-49.3at.%Al の組成を持つアークメルト材から光学式浮遊帯域溶融法により作製した。結晶育成の際の条件の詳細は第 2 章と同じである。育成した結晶の方位を X 線ラウエ法により解析し、放電加工機により所定の方位に切り出した後、拡散接合法により TiAl bi-PST 結晶を作製を行った。各構成 PST 結晶の接合面は、エメリー紙で機械研磨後に粒度 0.05 μm のコロイド状シリカを用いてラッピング加工を行った。拡散接合は約 3×10^{-4} Torr の真空中で行い、接合応力は約 30-50MPa とした。拡散接合の温度と時間の組み合わせとしては、800°C-24h, 800°C-48h, 800°C-72h, 950°C-4h, 1050°C-4h の 5 種類とした。拡散接合温度までの昇温速度は 800°C/h, 接合後の降温速度は 250°C/h とした。拡散接合後、界面近傍に残留する歪を取り除くため 7×10^{-7} Torr の真空中で 1350°C, 1 時間の焼鈍を行った。焼鈍温度までの昇温速度は 800°C/h, 降温速度は 600°C/h とした。力学物性の評価は引張試験により行った。引張試験片の形状は図 3.1 のようであり、荷重軸の方位が接合界面に平行になるように切り出した。引張試験は室温、大気中において歪速度 2×10^{-4} /s の条件で行った。

3.2.2. bi-PST 結晶の方位の組み合わせ

本実験で作製した bi-PST 結晶の組み合わせを図 3.2 に示す。図中には試験片に対する座標系も示してある。接合界面を XZ 面とし、荷重軸方位を Z 軸としてある。各構成 PST 結晶の方位としては、A 方位 ($\phi = 0^\circ$), B 方位($\phi = 31^\circ$), C 方位($\phi = 51^\circ$), N 方位($\phi = 90^\circ$)を用

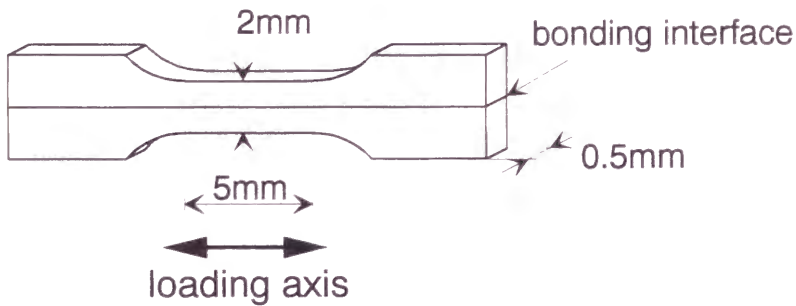


図 3.1 引張試験片の形状.

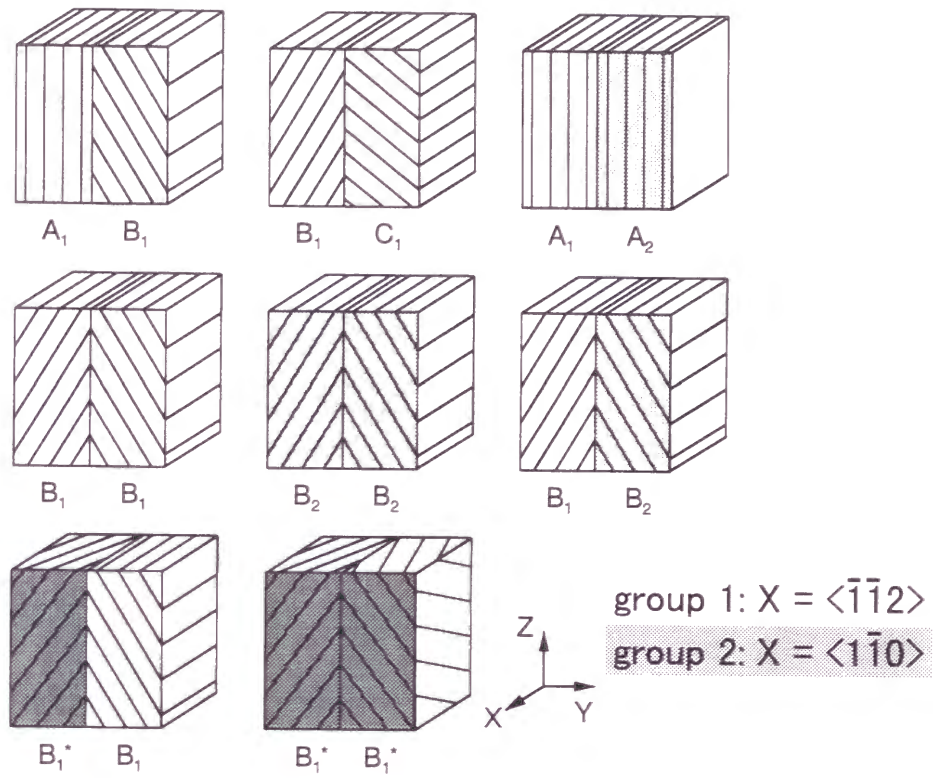


図 3.2 TiAl bi-PST 結晶の方位の組み合わせ.

いた。また A, B, C 方位に関しては、X 方向が TiAl 相の $\langle \bar{1} \bar{1} 2 \rangle$ 方向に平行なグループ 1 と $\langle 1 \bar{1} 0 \rangle$ 方向に平行なグループ 2 の 2 種類を用いた。これらはそれぞれ下付きの添え字 1, 2 で区別してある。なお構成 PST 結晶のインデックスは第 2 章に示したものと同一である。同一グループ同士の組み合わせとして A₁-B₁, B₁-C₁, B₁-B₁, B₂-B₂, グループ 1 とグループ 2 の組み合わせとして A₁-A₂, B₁-B₂を選んだ。これらのうち同一方位の組み合わせの B₁-B₁, B₂-B₂ および B₁-B₂ bi-PST 結晶に関しては、2 つの構成 PST 結晶の層状組織境界面が接合界面に関して対称となるように接合した。さらに界面に対する 2 つの構成 PST 結晶の対称性が変形挙動に及ぼす影響を調べるため、B₁ 同士の対称な組み合わせから片方の結晶 Z 軸周りに 30°回転させた B₁*-B₁, 接合界面に対する対称性を保つように両方の結晶を 30°ずつ回転させた B₁*-B₁*という組み合わせのものも作製した。

3.3. 実験結果

3.3.1. 拡散接合後の接合界面の組織

図 3.3(a - e)に 5 種類の条件で拡散接合した後の接合界面の組織を示す。これらの組織はいずれも B_1 - B_1 bi-PST 結晶のものである。図 3.3(a)に示した 800°C -24h という条件以外では、接合界面に再結晶 TiAl 粒が観察された。再結晶 TiAl 粒の量および大きさは接合温度、接合時間の増大に伴い増加する傾向を示す。このような傾向は他の方位の組み合わせの場合でも同様であり、いずれの組み合わせの場合も 800°C -24h という条件での接合では再結晶 TiAl 粒は観察されなかった。本研究では多結晶体中に存在しているのと同様の、等軸 TiAl 粒を含まない粒界を得ることが必要であるため、これ以降の実験には 800°C -24h という条件で拡散接合を行った試料を用いることにした。この条件で接合した場合に得られる粒界

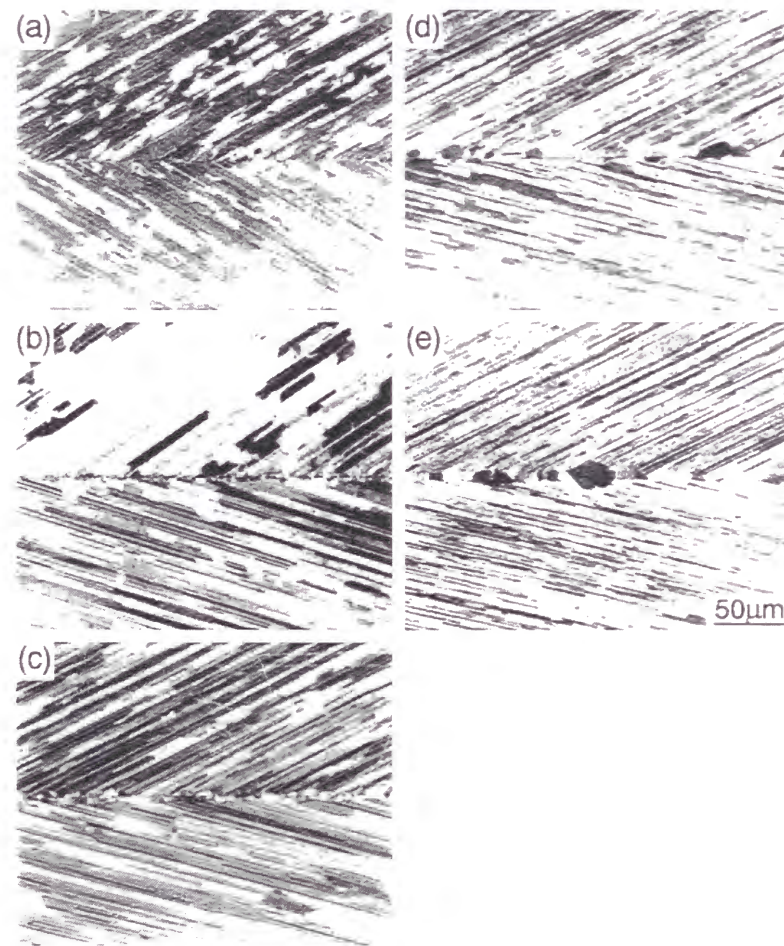


図 3.3 拡散接合後の接合界面の組織 (a) 800°C -24h, (b) 800°C -48h, (c) 800°C -72h, (d) 950°C -4h, (e) 1050°C -4h.

は、いずれの方位の組み合わせにおいても非常に平滑であり、溶製材に見られるような互いのラメラがかみ合わさったような粒界にはなっていないかった。

拡散接合後、界面近傍の歪を取り除き、多結晶体で見られるような粒界を得る目的で 1350°C で 1 時間の焼鈍を行った。図 3.4(a - d)に A_1 - B_1 , A_1 - A_2 , B_1 - B_1 , B_1 - C_1 bi-PST 結晶の焼鈍後の組織を示す。互いの結晶が接合界面に対して対称な B_1 - B_1 bi-PST 結晶(図 3.4(c))では、溶製材に見られるような互いのラメラがかみ合わさった粒界が得られた。 B_2 - B_2 , B_1^* - B_1^* , B_1^* - B_1 bi-PST 結晶に関しては同様の界面が得られた。これら以外の組み合わせでは図 3.4(a, b, c)に示すように接合界面上に再結晶粒が存在する領域が観察された。良好な接合が得られた組み合わせのうち B_2 - B_2 bi-PST 結晶について、その接合界面の構造を透過電子顕微鏡を用いて観察した。図 3.5(a, b, c)に観察結果を示す。図から明らかなように透過電子顕微鏡の観察の結果からも、接合界面において互いのラメラがかみ合わさった構造が得られていることが確認できる。さらに図 3.5(b, c)に示した高分解能観察の結果から界面近傍に大きな酸化物等の介在物が存在していないことがわかった。このように本研究で用いた条件で拡散接合することにより目的に適った接合界面が得ることが可能であることが明らかとなった。

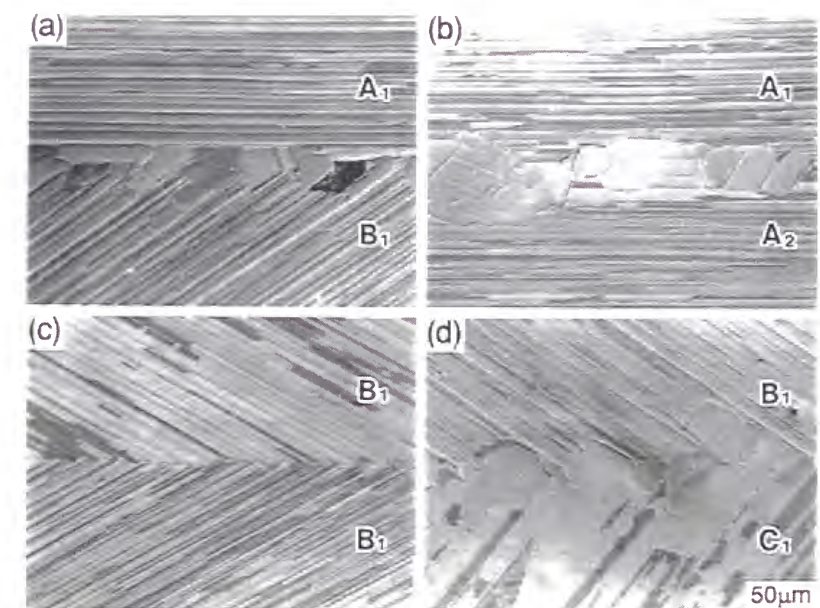


図 3.4 1350°C -1h 焼鈍後の接合界面の組織 (a) A_1 - B_1 , (b) A_1 - A_2 , (c) B_1 - B_1 , (d) B_1 - C_1 .

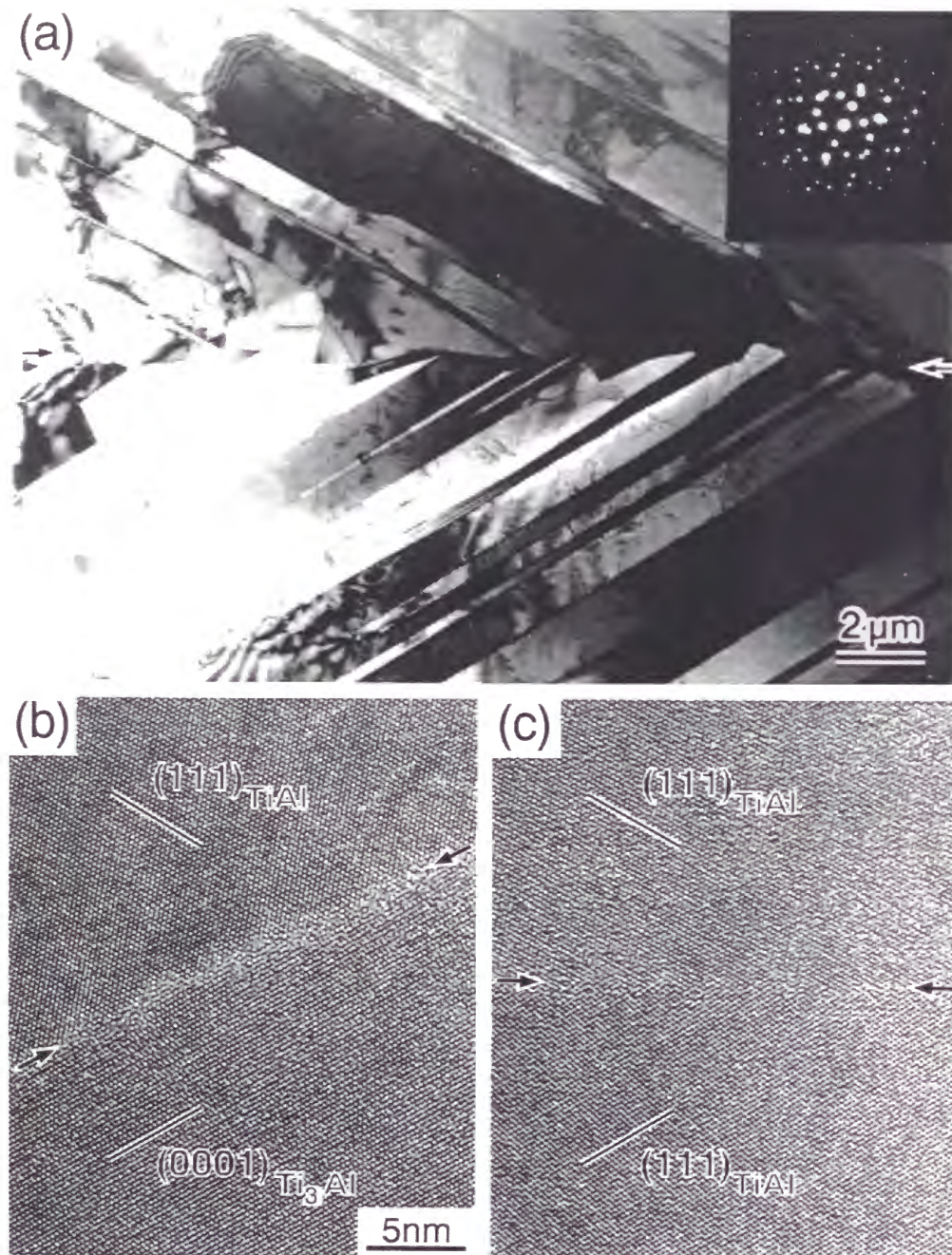


図 3.5 B₂-B₂ bi-PST 結晶の接合界面の透過電子顕微鏡像 (b)TiAl/Ti₃Al 界面, (c)TiAl/TiAl 界面.

3.3.2. bi-PST 結晶の引張変形挙動

図 3.6(a)に良好な接合が得られた B₁-B₁, B₁*-B₁*, B₁*-B₁ bi-PST 結晶の室温引張試験により得られた典型的な応力-歪曲線を示す. 比較のため図中には構成 PST 結晶である B₁ 方位の PST 結晶の応力-歪曲線も示してある. いずれの組み合わせの場合も降伏応力, 加工硬化率は B₁ 方位の PST 結晶のものとほぼ同様の値を示す. 引張伸びの値は 2 つの構成 PST 結晶が接合界面に関して対称である B₁-B₁, B₁*-B₁* bi-PST 結晶では構成 PST 結晶のものとほぼ同様の値をとる. これに対して接合界面での対称性が低い B₁*-B₁ bi-PST 結晶では, 対称性の良い B₁-B₁ PST 結晶のものの約半分の引張伸びの値をとる.

図 3.6(b)に A₁-B₁ bi-PST 結晶の引張試験により得られた典型的な応力-歪曲線を示す. A₁-B₁ bi-PST 結晶の応力-歪曲線では, 降伏挙動が構成 PST 結晶のものと比べて曖昧となって

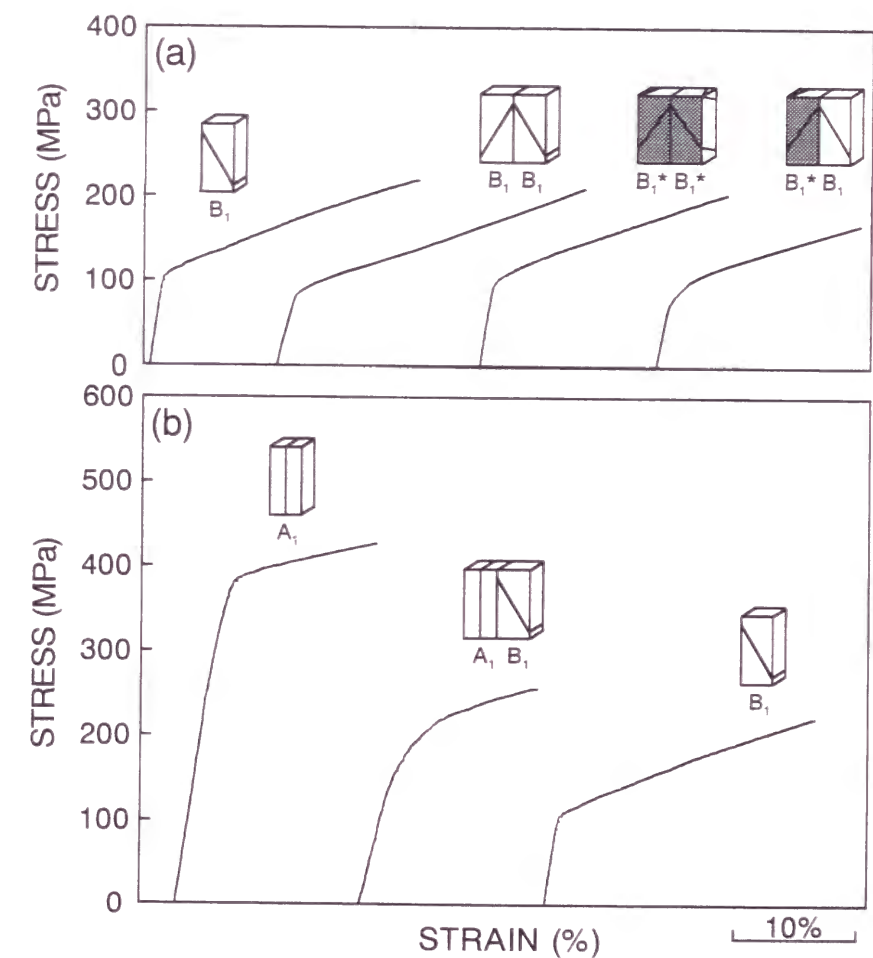


図 3.6 TiAl bi-PST 結晶の引張試験により得られる典型的な応力-歪曲線 (a)B₁-B₁, B₁*-B₁*, B₁*-B₁, (b)A₁-B₁.

いる。降伏応力の値は構成結晶である A_1 , B_1 方位の PST 結晶のものの中間の値を取る。引張伸びはいずれの構成 PST 結晶のものよりも低い値を取る。接合界面に対する対称性の低い組み合わせの場合の降伏応力、引張伸びの傾向は A_1 - B_1 bi-PST 結晶のものと同様であり、降伏応力は 2 つの構成 PST 結晶の降伏応力のほぼ中間の値を取り、引張伸びは 2 つの構成 PST 結晶のいずれのものよりも低い値を取る。

3.3.3. bi-PST 結晶の引張変形組織

図 3.7(a, b)に破断まで引張変形した B_1 - B_1 , B_1 - B_1^* bi-PST 結晶の接合界面近傍の変形組織を示す。いずれの組み合わせにおいても 2 つの構成結晶の変形は主として層状組織境界に平行なせん断変形により起こる。これは bi-PST 結晶を構成している 2 つの PST 結晶が、 B_1 方位の PST 結晶本来の変形を起こしていることを示している。接合界面近傍では層状組織境界に平行なせん断変形の痕跡のほかに層状組織を横切るせん断変形の痕跡も観察される。接合界面に対して 2 つの構成結晶の層状組織境界面が対称である B_1 - B_1 bi-PST 結晶ではそ

のような痕跡はほとんど観察されないのに対し、界面に対する対称性が低い B_1^* - B_1 bi-PST 結晶では荷重軸周りに 30° 回転させてある B_1^* 方位の構成結晶の方に層状組織を横切るせん断変形の痕跡が非常に多く観察される(図 3.7(b))。

図 3.7(c, d)に界面に再結晶粒が存在している A_1 - A_2 および A_1 - B_1 bi-PST 結晶を破断に至るまで引張変形した後の界面近傍の組織を示す。いずれの組み合わせの場合も接合界面から十分に離れた領域ではそれぞれの構成結晶は構成 PST 結晶本来の変形により変形する。 A_1 - A_2 bi-PST 結晶の場合は接合界面近傍においても、変形組織に大きな変化は見られない(図 3.7(c))。これに対し A_1 - B_1 bi-PST 結晶では B_1 方位を有する構成結晶の方に層状組織境界を横切るタイプの変形の痕跡が非常に多く観察された(図 3.7(d))。またいずれの方位の場合においても界面の等軸粒にもすべり線が観察された。

図 3.8(a, b)に破断後の B_1 - B_1 , A_1 - B_1 bi-PST 結晶の接合界面の走査電子顕微鏡像を示す。いずれの bi-PST 結晶においても破断部近傍の接合界面上にのみクラックが観察される。このことから bi-PST 結晶の破断は接合界面上のクラックを起点としておこることがわかる。このようなクラックはいずれの方位の組み合わせにおいても同様に観察された。 A_1 - B_1 bi-

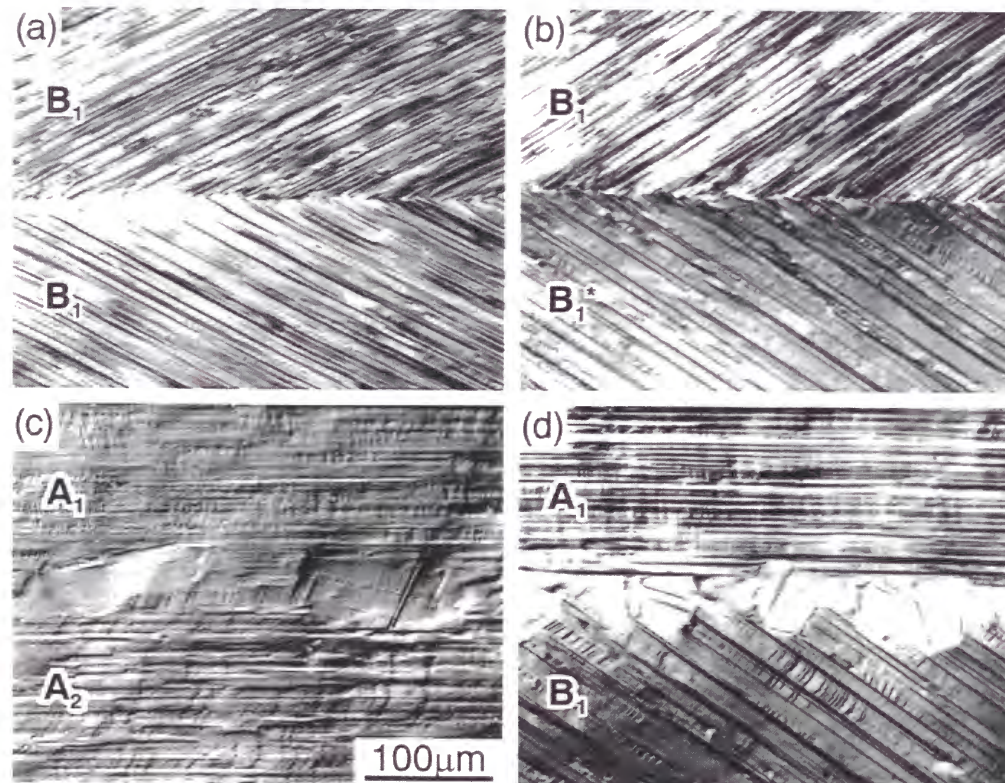


図 3.7 TiAl bi-PST 結晶の引張変形組織 (a) B_1 - B_1 , (b) B_1^* - B_1 , (c) A_1 - A_2 , (d) A_1 - B_1 .

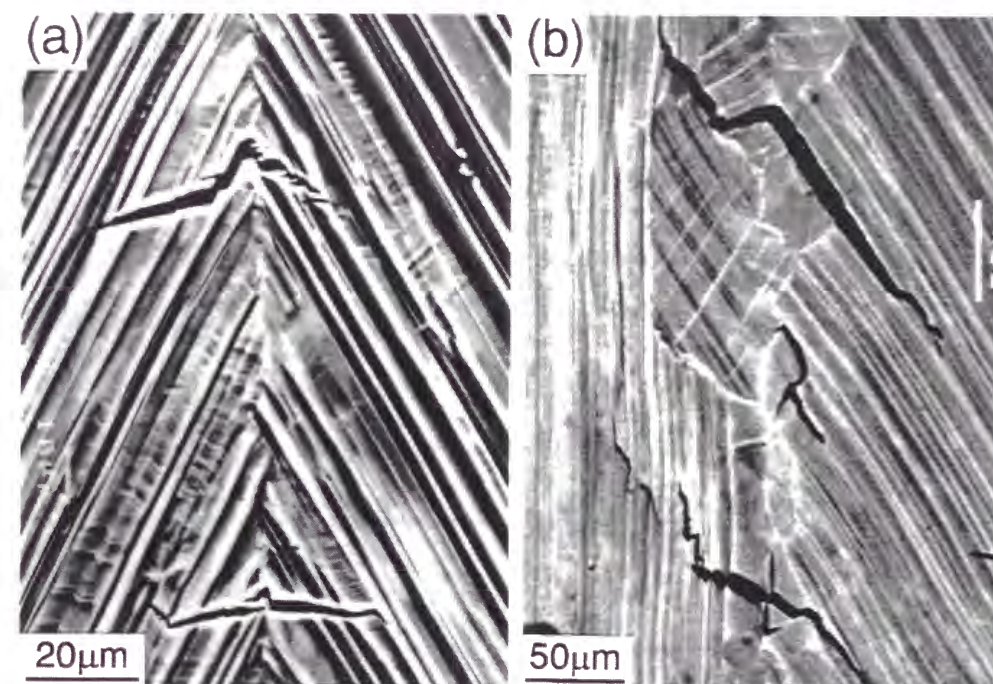


図 3.8 TiAl bi-PST 結晶の接合界面に生成したクラック (a) B_1 - B_1 , (b) A_1 - B_1 .

PST 結晶では主として等軸粒と層状組織粒との境界においてクラックが発生しており層状組織粒と等軸粒との変形能の差がクラック発生の原因となっていると考えられる。

3.4. 考察

3.4.1. bi-PST 結晶の作製

800°C-24h という条件で接合した場合にはいずれの方位の組み合わせに関しても再結晶粒が形成されていなかった。しかし接合後の焼鈍により、 A_1 - B_1 、 A_1 - A_2 、 B_1 - C_1 bi-PST 結晶の接合界面には再結晶粒が形成している領域が観察された。拡散接合の条件が高温、長時間になるにつれて再結晶粒の発生が促進されていたことから考えると、このような再結晶の主な駆動力としては接合界面上の微小な凹凸部の塑性変形による歪エネルギーや、研磨時に表面近傍に導入された塑性変形による歪エネルギーが考えられる(Nakao, Shinozaki and Hamada 1991, Yan and Wallach 1993, Taguchi, Ayada, Ishihara and Shingu 1995, Glatz and Clemens 1997)。したがって接合界面に再結晶粒の存在しない良好な接合界面を得るためには、接合界面の平滑性や接合時に加える圧力が非常に重要な要素となる。今回、再結晶粒の形成が見られた組み合わせにおいても、接合面の平滑性や接合時の圧力などの要素をさらに精密に制御することにより、完全な接合界面が得られるものと思われる。

3.4.2. bi-PST 結晶の変形

3.4.2.1. 双結晶の結晶粒界における歪の適合条件

結晶間の相互作用が変形に及ぼす影響を明らかにするため、構成結晶間の巨視的な歪の適合性を考える。図 3.9 に示すような双結晶の接合界面(XZ 面)における歪の適合性については、Livingston and Chalmer (1957), Hauser and Chalmer (1961), Hook and Hirth (1967)らによって議論されてきた。接合界面(XZ 面)において歪の連続性を満たすためには、2 つの構成結晶(I, II)の歪成分の間に次のような関係が成立しなければならない。

$$e^I_{xx} = e^{II}_{xx}, \quad e^I_{zz} = e^{II}_{zz}, \quad e^I_{xz} = e^{II}_{xz} \tag{1}$$

本研究で用いた PST 結晶は 6 種類の方位の異なる TiAl ドメインからなるラメラと Ti_3Al ラメラから構成されている多結晶体であり、その変形は層状組織境界と荷重軸のなす角度

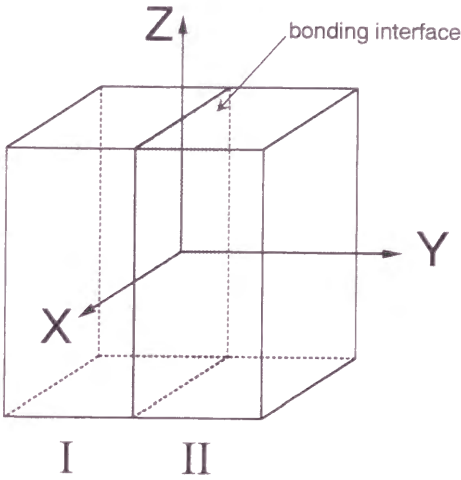


図 3.9 一般的な双結晶の形状と座標系。

表 3.1 TiAl bi-PST 結晶の降伏応力と引張伸び。

Specimen	Yield stress (MPa)	Tensile elongation (%)	Strain continuity at the bonding interface	Recrystallization at the bonding interface
A_1	300±40	~12	-	-
B_1	100±20	~20	-	-
C_1	105±20	~14	-	-
B_1 - B_1	86.6	20.2	○	No
B_1^* - B_1^*	97.3	17.9	○	No
B_1 - B_2	112.0	18.4	○	No
B_1^* - B_1	83.0	12.4	×	No
A_1 - B_1	145.7	10.5	×	Yes
B_1 - C_1	97.9	5.5	×	Yes
A_1 - A_2	250.2	2.5	×	Yes

に大きく依存している。第 2 章に示したようにこれまでの研究により様々な荷重軸方位に対する PST 結晶の巨視的な変形が明らかとなった。このような PST 結晶の巨視的変形に関する知見から接合界面における歪の適合性について考察する。

表 3.1 に引張試験により得られた降伏応力、引張伸びの値を示す。また表には再結晶粒の有無、各 bi-PST 結晶の構成結晶がそれぞれ本来の変形をしたときに式(1)に示した接合界面での塑性歪の連続性の条件が満たされるかどうかを示してある。まず塑性歪の適合性と引張伸びの関係に着目してみると B_1 - C_1 の場合を除いて、歪の適合性が単純には満たされない組み合わせでは引張伸びが構成 PST 結晶のものよりも低くなる傾向を示している。

また再結晶粒と引張伸びの相関を見てみると、再結晶粒が存在している組み合わせのものの引張伸びが低いことがわかる。したがって引張伸びの値には構成結晶間の歪の適合性と再結晶粒が影響を及ぼしていると考えられる。

3.4.2.2. B₁-B₁, B₁*-B₁*, B₁*-B₁ bi-PST 結晶の変形

B₁ 方位を基礎とする結晶同士の組み合わせの場合、接合界面には再結晶粒が存在していなかったため、純粋に構成結晶間の方位差が変形に及ぼす影響を考察することができる。まず塑性歪の適合性について考察する。

B₁ 方位の PST 結晶の Z 軸引張変形は層状組織境界に平行な(111)面上での最大分解せん断応力方向へのせん断変形であるので、生じる塑性歪は次のような形で表すことができる (§2.4.2.1.参照)。

$$\begin{aligned} e_{ij} &= \epsilon_p \times \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & \cot(2 \times 31.48^\circ) \\ 0 & \cot(2 \times 31.48^\circ) & 1 \end{pmatrix} \\ &= \epsilon_p \times \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0.51 \\ 0 & 0.51 & 1 \end{pmatrix} \end{aligned} \tag{2}.$$

ここで ϵ_p は Z 軸方向への垂直塑性歪の値である。次に Z 軸まわりに角度 θ だけ回転させた結晶を B₁(θ)と表すことにすると、B₁(θ)に生じる歪成分は次式で表される。

$$e_{ij}^\theta = \epsilon_p \times \begin{pmatrix} -\sin^2 \theta & \sin \theta \cos \theta & -0.51 \sin \theta \\ \sin \theta \cos \theta & -\cos^2 \theta & 0.51 \cos \theta \\ -0.51 \sin \theta & 0.51 \cos \theta & 1 \end{pmatrix} \tag{3}.$$

このように構成結晶を区別すると、B₁-B₁, B₁*-B₁*, B₁*-B₁ bi-PST 結晶はそれぞれ B₁(180°)-B₁(0°), B₁(150°)-B₁(30°), B₁(150°)-B₁(0°) bi-PST 結晶と表される。回転角 $\theta = 0^\circ, 30^\circ,$

表 3.2 B₁(θ)方位を有する PST 結晶の塑性変形により生じる歪みテンソル。

θ (degree)	e_{xx}/ϵ	e_{yy}/ϵ	e_{zz}/ϵ	e_{yz}/ϵ	e_{zx}/ϵ	e_{xy}/ϵ
0	0	-1	1	1.02	0	0
30	-0.25	-0.75	1	0.89	-0.51	0.44
150	-0.25	-0.75	1	-0.89	-0.51	-0.44
180	0	-1	1	-1.02	0	0

120°, 150°, 180°のときの各歪成分の値を表 3.2 に示す。

表 3.2 に示した歪成分から明らかなように接合界面に対して構成結晶が対称である B₁-B₁(B₁(180°)-B₁(0°)), B₁*-B₁*(B₁(150°)-B₁(30°))という組み合わせの場合、それぞれの結晶が B₁ 方位の PST 結晶本来の変形を行っただけで、塑性歪の連続性の条件が完全に満たされる。このような理由により、対称な組み合わせでは構成 PST 結晶のものと同様の引張伸びが得られたものと考えられる。

これに対して B₁*-B₁(B₁(150°)-B₁(0°))という組み合わせの場合にはそれぞれの結晶が PST 結晶本来の変形を行っただけでは単純には塑性歪の連続性は満たされない。界面には次式であらわされるような 2 つの結晶それぞれの歪成分 e_{xx} , e_{xz} の値の差に対応する歪の不適合が生じる。

$$\begin{aligned} \Delta e_{xx} &= e_{xx}^{0^\circ} - e_{xx}^{150^\circ} = \epsilon_p \sin^2(150^\circ) = 0.250\epsilon_p, \\ \Delta e_{xz} &= e_{xz}^{0^\circ} - e_{xz}^{150^\circ} = 0.51\epsilon_p \sin(150^\circ) = 0.255\epsilon_p \end{aligned} \tag{4}.$$

このような歪の不適合が生じる結果、界面近傍に非常に大きな弾性応力が発生することになる。この応力を緩和するためには補足的な変形が界面近傍でおこる必要がある。これ

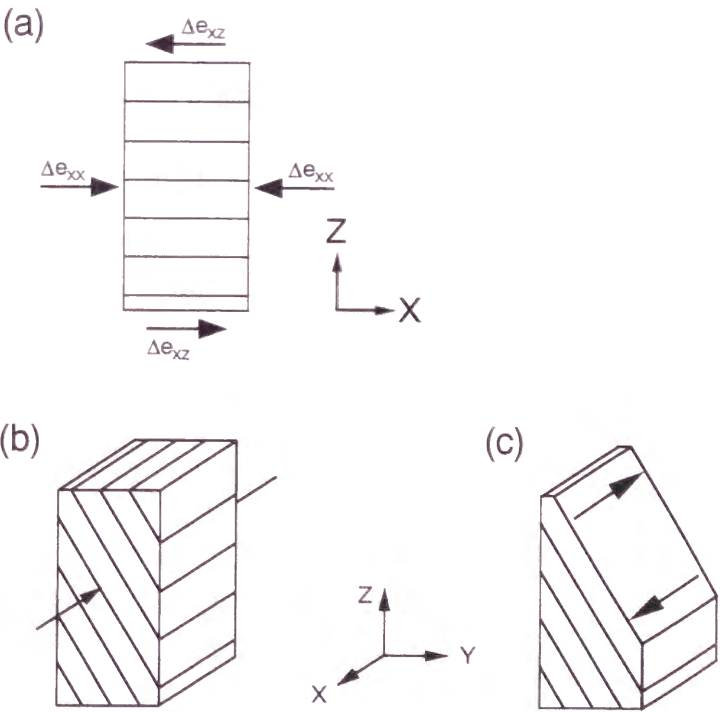


図 3.10 (a)歪の不適合性により生じる付加的歪, (b,c)付加的歪を緩和可能な変形モードの例。

らの歪量は 2 つの結晶間である割合で分配されると考えられるが、簡単のため 2 つの構成結晶間で均しく分配されると仮定する。このとき $B_1(0^\circ)$ の方には $-1/2 \Delta e_{xx}$, $-1/2 \Delta e_{xz}$ 分配され、 $B_1(150^\circ)$ の方には $+1/2 \Delta e_{xx}$, $+1/2 \Delta e_{xz}$ の歪が付加的に生じることになる。

$B_1(0^\circ)$ 方位の結晶の方に付加される歪は図 3.10(a)のように表される。歪を解消する方法として何種類かの変形モードの組み合わせが考えられるが、最も簡単には次のようなものがあげられる。まず X 方向への垂直歪は X 軸方向へ hard type-A の圧縮変形を導入することにより緩和させることができる(図 3.10(b))。このような塑性変形により生じる歪成分は次のように与えられる。

$$\begin{aligned} e_{ij} &= \varepsilon_{x\text{-hard}} \times \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & \sin^2(31.48^\circ) & -0.5 \sin(2 \times 31.48^\circ) \\ 0 & -0.5 \sin(2 \times 31.48^\circ) & \cos^2(31.48^\circ) \end{pmatrix} \\ &= \varepsilon_{x\text{-hard}} \times \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0.27 & -0.45 \\ 0 & -0.45 & 0.73 \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (5).$$

せん断歪成分は図 3.10(c)のような easy type 変形の導入により緩和させることが可能となる。このような塑性変形により生じる歪成分は次のようにあらわされる。

$$\begin{aligned} e_{ij} &= \varepsilon_{x\text{-easy}} \times \begin{pmatrix} 0 & -\cot(31.48^\circ) & -1 \\ -\cot(31.48^\circ) & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \\ &= \varepsilon_{x\text{-easy}} \times \begin{pmatrix} 0 & -1.63 & -1 \\ -1.63 & 0 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix} \end{aligned} \quad (6).$$

このように $B_1(0^\circ)$ 側では図 3.10(b, c)に示すような変形を導入することにより問題となっている e_{xx} と e_{xz} 成分に関して歪の連続性を満たすことができる。 e_{zz} 成分に関しては、界面近傍において PST 結晶本来の変形からの寄与と付加的な変形の寄与の和が、界面から十分離れたところの e_{zz} 成分と等しくなればよい。

$B_1(150^\circ)$ 側の場合も同様に歪を緩和することが可能な easy type の変形と hard type の変形の組み合わせを考えることができる。 $B_1(0^\circ)$ 側の場合と同様に層状組織境界に平行なせん断歪成分と垂直歪成分に分けて考える。図 3.11 に示すように接合界面における層状組織境

界のトレースと荷重軸のなす角度を ψ とする。角度 ψ は回転角 θ の関数として次式のようにあらわされる。

$$\psi = \cos^{-1} \left(\frac{2\sqrt{2} \sin \theta}{\sqrt{8 \sin^2 \theta + 3}} \right) \quad (7).$$

θ が 150° の時は ψ は 50.8° となる。層状組織境界のトレースに平行な方向を X_n 方向、垂直な方向を Z_n 方向とし、付加的な歪成分($+1/2 \Delta e_{xx}$, $+1/2 \Delta e_{xz}$)をこの座標系に座標変換してあらわすと次のようになる。

$$\begin{aligned} 1/2 \Delta e_{xx}^n &= 1/2 \Delta e_{xx} \sin^2 \psi + 1/2 \Delta e_{xz} \sin 2\psi = 0.200 \varepsilon_p, \\ 1/2 \Delta e_{zz}^n &= 1/2 \Delta e_{xx} \cos^2 \psi - 1/2 \Delta e_{xz} \sin 2\psi = -0.075 \varepsilon_p, \\ 1/2 \Delta e_{xz}^n &= -1/4 \Delta e_{xx} \sin 2\psi - 1/2 \Delta e_{xz} \cos 2\psi = -0.036 \varepsilon_p \end{aligned} \quad (8).$$

$1/2 \Delta e_{xx}^n$ および $1/2 \Delta e_{xz}^n$ 成分の緩和に関しては $B_1(0^\circ)$ 側のものと同様の変形を導入することを考えれば良い。このように hard type と easy type の変形の導入により理想的には界面での歪の適合性を満たすことが可能である。

図 3.7(b)で示した変形後のすべり線の観察結果ではとくに $B_1^*(B_1(150^\circ))$ 側に多くの hard type のすべり線が観察された。この理由に関しては hard type の変形を誘起するような方向への垂直応力の大きさを比較することにより理解することができる。付加的な歪により生じる弾性応力は PST 結晶の弾性率の値から評価できる。PST 結晶は 6 種類の TiAl ドメインと Ti_3Al 相からなる多結晶であるが、TiAl ドメインの対称性のためにマクロには層状組織境界に垂直な方向を c 軸とする六方晶として取り扱うことができ、 $c11=214$, $c33=237$, $c12=72.4$, $c13=47.3$, $c44=62.7$ (GPa)という値を取る(Kawahara, Tanaka and Koiwa 1997)。これ

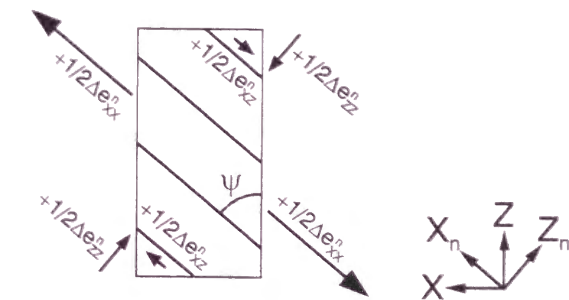


図 3.11 接合界面における層状組織境界のトレースと歪成分。

らの値を bi-PST 結晶の座標系に変換して用いることにより弾性応力を評価すると、 $B_1(0^\circ)$ 側では $\sigma_{xx}=26.7\varepsilon_p$ のに対し、 $B_1(150^\circ)$ 側では $\sigma_{xx}^n=36.9\varepsilon_p$ (GPa)となる。いま同一の塑性歪量の場合を考えると、 $B_1(150^\circ)$ 側の方にかかる垂直応力の値のほうが 1.38 倍大きくなる。このため $B_1(150^\circ)$ 側の方に先に hard type の変形が導入されたものと考えられる。

これまで考察してきたような付加的な変形の導入により界面での歪の連続性を満たすことが可能なのだが、実際には対称性の低下に伴い引張伸びの値が低下していた。これは PST 結晶の変形は非常に異方性が強いいため界面の拘束力により hard type の塑性変形を十分に導入することが困難であったためであると予想される。このため対称な組み合わせに比べて非常に低い塑性歪量でも接合界面近傍に高い歪エネルギーが蓄積することとなり、それが原因となってクラックが発生し破断が早められたものと考えられる。

粒界での歪の適合性を考える際には、塑性歪の他に弾性歪の適合性についても考えなければならない。bi-PST 結晶に対する座標系で考える。bi-PST 結晶の各構成結晶の断面積は等しいので、各構成結晶に荷重される応力は等しい。 $B_1(150^\circ)$ - $B_1(0^\circ)$ bi-PST 結晶の場合は 2 つの構成結晶の荷重軸方位が等しいので、弾性変形の範囲で Z 軸方向に一軸引張応力 σ_{zz} を加えた場合、式(1)で示した歪の適合条件のうちの一つ($e_{zz}^I=e_{zz}^{II}$)は満たされることになる。しかしながらこれ以外の 2 つの条件は満たされず、2 つの構成結晶間に弾性的な不適合が生じる。このような不適合は界面近傍に局所的な応力を生じさせ、付加的な変形の発生に影響を及ぼす。問題となることが予想される 2 つの成分を見積もると、 $B_1(0^\circ)$ 側、 $B_1(150^\circ)$ 側に関して、それぞれ次のようにあらわされる。

$$\begin{aligned}\varepsilon_{e_{xx}}^0 &= s_{13}^0 \sigma_{zz} = -0.099 \times 10^{-11} \sigma_{zz}, \\ \varepsilon_{e_{xz}}^0 &= s_{15}^0 \sigma_{zz} = 0\end{aligned}\quad (9),$$

$$\begin{aligned}\varepsilon_{e_{xx}}^{150} &= s_{13}^{150} \sigma_{zz} = -0.115 \times 10^{-11} \sigma_{zz}, \\ \varepsilon_{e_{xz}}^{150} &= s_{15}^{150} \sigma_{zz} = 0.067 \times 10^{-11} \sigma_{zz}\end{aligned}\quad (10).$$

これらの差により生じる歪が 2 つの結晶に等しく分配されるとし、塑性歪に関して行ったのと同様に弾性応力の値を見積もると、 $B_1(0^\circ)$ 側では $\sigma_{e_{xx}}=0.017 \sigma_{zz}$ (Pa)、 $\sigma_{e_{xz}}=0.043 \times 10^{-11} \sigma_{zz}$ (Pa)であるのののに対し、 $B_1(150^\circ)$ 側では $\sigma_{e_{xx}}^n=0.034 \times 10^{-11} \sigma_{zz}$ (Pa)、

$\sigma_{e_{xz}}^n=0.010 \times 10^{-11} \sigma_{zz}$ (Pa)となる。 B_1 方位の PST 結晶の降伏時(降伏応力：約 100MPa)において弾性歪の不適合により生じる弾性応力は、いずれの値も数 MPa と非常に低い値となるので、付加的な変形の発生にはほとんど影響を及ぼさないと考えられる。

3.4.2.3. その他の組み合わせの bi-PST 結晶の変形

A_1 - B_1 という組み合わせの場合、荷重軸方位が 2 つの結晶で異なっていること、また界面近傍において再結晶粒が含まれているといった問題のため、単純には考察することができない。しかしながら、 A_1 - B_1 という組み合わせの場合、 B_1 方位の構成結晶の方に本来は観察されないタイプの hard type の変形の痕跡が多数観察され、接合界面が界面近傍の変形に付加的な拘束を与えていることは明らかである。そこでこのような変形がおこった原因についても§3.4.2.2.と同様に塑性歪みの適合性から考察してみる。 A_1 方位の PST 結晶を引張変形したときに生じる歪成分は次のようにあらわされる(§2.4.2.3.).

$$e_{ij} = \varepsilon_p \times \begin{pmatrix} -0.667 & 0 & 0 \\ 0 & -0.333 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (9).$$

式(2)および式(6)から考えて、それぞれの構成結晶が本来の変形をした場合に界面の歪の連続性を保つために問題となる成分は e_{xx} 成分のみである。この成分は図 3.10(b)に示すように B_1 方位の結晶の方に X 軸方向へ hard type の圧縮変形を導入することにより完全に解消することが可能である(式(4)). したがって B_1 方位に見られた hard type の変形は、界面での歪の連続性を満たすために導入されたものと考えられる。しかしながら B_1 方位同士の組み合わせのところで述べたように、PST 結晶の変形の異方性から考えると完全には連続性が満たされているとは考えにくく、 A_1 - B_1 bi-PST 結晶の引張伸びが構成結晶の引張伸びよりも低い値を取る原因も主として構成結晶間の歪の適合性が関与していると考えられる。また A_1 - B_1 という組み合わせの場合は界面に再結晶粒が生成しており、その再結晶粒と層状組織粒の境目においてクラックが生成していた。このようなクラックの形成には、おそらく再結晶粒と層状組織粒の変形能の差が関与していると考えられる。

本研究では界面に再結晶粒が存在しているものは一般に低い引張伸びを示した。 B_1 - C_1 や A_1 - B_1 といった組み合わせでは比較的単純な変形モードの組み合わせにより歪の連続性を保

つことが可能であることが予想されたのだが、非常に低い塑性歪の段階で界面にクラックが生成し破断してしまった。このため多くの組み合わせの bi-PST 結晶に関しては、層状組織粒本来の変形から結晶粒界が変形に及ぼす影響を純粋に評価することができなかった。本研究において PST 結晶本来の変形から結晶粒界が変形に及ぼす影響を定性的に理解することができた。しかしながら、より詳細な評価をするためにはまず再結晶粒を生成しないような接合条件を見出すことが必要不可欠である。また弾性異方性の影響を取り除くためにも、2 つの構成 PST 結晶に対する荷重軸方位が等しい組み合わせの試料を用いて界面に対する対称性、方位差の影響を系統的に調べる必要があると考えられる。

3.5. 結言

さまざまな組み合わせの TiAl bi-PST 結晶を拡散接合法により作製し、室温、大気中で引張試験を行った。得られた結果は次のようにまとめられる。

- (1) 800°C-24h という接合条件で接合することにより、接合界面に再結晶粒を含まない bi-PST 結晶を作製することが可能である。しかし接合界面は非常に平坦であり、溶製材に見られるように互いのラメラがかみ合った状態にはなかった。
- (2) 接合後の 1350°C-1h という条件での焼鈍により、溶製材に見られるような互いにロックされた構造の界面を得ることが可能であることがわかった。また構成結晶の組み合わせによっては部分的に再結晶粒が形成される場合がある。
- (3) 接合界面には酸化物等の介在物が存在しておらず、本研究で用いた条件での接合により溶製材中の粒界と類似した接合界面を得ることが可能であることがわかった。
- (4) bi-PST 結晶の降伏応力は 2 つの構成 PST 結晶の降伏応力のほぼ中間の値を取る。
- (5) 接合界面に対して 2 つの結晶が対称な方位関係を持つ bi-PST 結晶の引張伸びは、構成 PST 結晶の引張伸びと同程度の値を示す。引張伸びの値は構成 PST 結晶の界面に対する対称性の低下に伴い減少する傾向にある。
- (6) 接合界面に再結晶粒が存在している bi-PST 結晶の引張伸びは一般に低い値を取る。
- (7) bi-PST 結晶の破断はいずれの組み合わせの場合にも界面でのクラックを起点として起こる。

参考文献

Fujiwara, T., Nakamura, A., Hosomi, M., Nishitani, S.R., Shirai, Y., and Yamaguchi, M., 1990, Phil. Mag. A, 61, 591.

Glatz, W, and Clemens, H., 1997, Intermetallics, 5, 415.

Hauser, J.J., and Chalmer, B., 1961, Acta Metall., 9,802.

Hook, R.E., and Hirth, J.P. 1967, Acta Metall., 15, 535.

Inui, H., Nakamura, A., Oh, M.H., and Yamaguchi, M., 1992a, Phil. Mag. A, 66, 557.

Inui, H., Oh, M.H., Nakamura, A., and Yamaguchi, M., 1992b, Acta Metall. Mater., 40, 3095.

Livingston, J.D., and Chalmer, B., 1957, Acta Metall., 5, 322.

Nakao, Y., Shinozaki, K., and Hamada, M., 1991, ISIJ International, 31, 1260.

Taguchi, K., Ayada, M., Ishihara, K.N., and Shingu, P.H., 1995, Intermetallics, 3, 91.

Yan, P. and Wallach, E.R., 1993, Intermetallics, 1, 83.

Yokoshima, S., and Yamaguchi, M., 1996, Acta Mater., 44, 873.

第 4 章 TiAl/Ti₃Al 二相化合物中の TiAl/TiAl 層状組織境界近傍における局所的組成変化

4.1. 緒言

TiAl/Ti₃Al 二相層状組織中に存在する層状組織境界の性質は層状組織粒の変形挙動に大きな影響を及ぼす。とくに界面の安定性は破壊挙動を大きく左右するため、その特性を理解することは非常に重要である。第 2 章で述べたようにある種の層状組織境界面は垂直応力に対して非常に脆弱であり、その性質は高温においても変化しない。また 20%程度の引張伸びが得られる中間方位においても、その破断は層状組織境界にほぼ平行であり、破断面は脆性的な様相を呈する。このような層状組織境界面の脆弱な性質は PST 結晶に特有なものではなく、層状組織粒からなる多結晶体でも同様に観察される。これらの事実から考えると、層状組織境界に対する垂直応力がクラックの発生および伝播といった層状組織の破壊挙動、ひいては延性に大きな役割を果たしていることは明らかであり、層状組織の力学物性をさらに向上させるためにはこのような脆弱な層状組織境界の性質の改善が必要不可欠であるといえる。

TiAl/Ti₃Al 二相層状組織中では TiAl 相と Ti₃Al 相は互いの最稠密面と最稠密方向が平行となるように、すなわち $\{111\}_{\text{TiAl}} // (0001)_{\text{Ti}_3\text{Al}}$, $\langle \bar{1} 10 \rangle_{\text{TiAl}} // \langle 11 \bar{2} 0 \rangle_{\text{Ti}_3\text{Al}}$ という方位関係を満たすように存在している。TiAl 相が Ti₃Al 相に整合して析出してくる場合、TiAl 相が正方晶であることに起因して、TiAl 相には方位の異なる 6 種類のドメインがランダムに形成される。この結果、層状組織境界には TiAl/Ti₃Al 界面だけでなく、3 種類の TiAl/TiAl 界面、すなわち規則双晶境界、120°回転境界、擬双晶境界の 3 種類も形成される。図 4.1 にこれら 3 種類の層状組織境界面の模式図を示す。規則双晶境界では 2 つの隣接する TiAl ドメインは互いに 180°回転した関係にある。この場合、2 つの TiAl ドメインは界面に関して原子の位置と種類が完全に双晶の関係にある。120°回転境界では、層状組織境界面に平行な(111)面の積層の順序は保存されているが、その名が示すように 2 つの TiAl ドメインは互いに 120°回転した関係にあるため 2 つのドメイン間に境界が形成される。擬双晶境界では 2 つの TiAl ドメインは互いに 60°回転した関係にある。この場合、原子の位置だけ

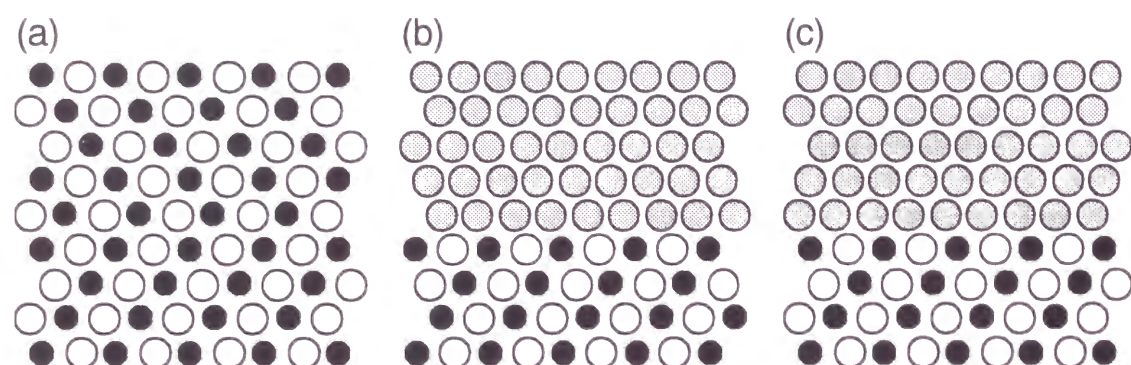


図 4.1 TiAl/Ti₃Al 二相化合物中の 3 種類の TiAl/TiAl 層状組織境界の模式図 (a) 規則双晶境界, (b) 120°回転境界, (c) 擬双晶境界.

に着目すれば双晶の関係となっているが、種類まで区別すると完全な双晶関係にはなっていない。ここで規則双晶境界、120°回転境界、擬双晶境界のエネルギーをそれぞれ γ_{OT} 、 γ_{RB} 、 γ_{PT} とし、第 1、第 2 近接までの二体相互作用を考慮した剛体球モデルにより界面のエネルギーを求めるとそれぞれ次のように表される(Yamaguchi and Umakoshi 1990, Inui, Nakamura, Oh and Yamaguchi 1992).

$$\begin{aligned}\gamma_{OT} &= \frac{2[\phi_{AA}(r') + \phi_{BB}(r')]}{\sqrt{3}a^2} \\ \gamma_{RB} &= \frac{(2V^{(1)} - 6V^{(2)})}{\sqrt{3}a^2} \\ \gamma_{PT} &\approx \gamma_{RB} + \frac{2[\phi_{AA}(r') + \phi_{BB}(r') + \phi_{AB}(r')]}{\sqrt{3}a^2} \approx \gamma_{RB} + \gamma_{OT}\end{aligned}\quad (1).$$

ここでは簡単のため TiAl 相を格子定数 a の立方晶と近似してあり、 $\phi_{ij}(r')$ は $r' = 2a/\sqrt{3}$ の距離にある i, j 原子間の相互作用エネルギー、 $V^{(k)} = (\phi_{AA}^{(k)} + \phi_{BB}^{(k)} - \phi_{AB}^{(k)})/2$ 中の $\phi_{ij}^{(k)}(r')$ は第 k 近接原子間の 2 体相互作用エネルギーを表している。これらの界面エネルギーの値は TiAl 相の{111}面上の積層欠陥(SISF)エネルギーと逆位相境界(APB)エネルギーから見積もることができる。これまでに TiAl 相の{111}面上の APB および SISF のエネルギーは実験的(Hug, Loiseau and Veyssiere 1988)、理論的(Woodward, MacLaren and Rao 1992, Fu and Yoo 1992)に求められており、それらの比の値はそれぞれおよそ 1:2, 1:6 と見積もることができる。これらの値から 3 種類の TiAl/TiAl 層状組織境界面のエネルギー比($\gamma_{OT} : \gamma_{RB} : \gamma_{PT}$)を評価すると、1:2:3(実験値)ないし 1:6:7(理論値)となる(Inui et al. 1992).

また TiAl 相は正方晶であるため、2 つの ordered domain の $[\bar{1}10]$ 方向と $[01\bar{1}]$ 方向は厳密には平行ではなく、また $[\bar{1}10]$ 方向と $[0\bar{1}1]$ 方向の最近接原子間距離は等しくない。このため 120°回転境界および擬双晶境界には格子のミスマッチが発生し、界面近傍には非常に高い歪エネルギーが存在すると考えられる。

このように 120°回転境界および擬双晶境界は非常に高エネルギーであり、安定には存在しないと考えられるが、TiAl/Ti₃Al 二相層状組織中には規則双晶境界だけでなく、120°回転境界および擬双晶境界も存在している。このことは高エネルギー境界である 120°回転境界および擬双晶境界において、何らかのエネルギー緩和機構が存在していることを示唆している。このような高エネルギー界面の問題に関しては数多くの研究がなされてきた。これまでの研究は特に高分解能観察による界面構造の解析や界面転位の解析に集中しており、これらの方面に関しては数多くの知見が得られている(Mahon and Howe 1990, Zhao and Tangri 1991, 1992, Inui, Nakamura, Oh and Yamaguchi 1991, Inui et al. 1992, Kad and Hazzeldine 1992, Hazzeldine, Kad, Fraser and Dimiduk 1993, Appel, Beaven and Wagner 1993, He, Ye, Ning, Cao and Han 1993, Yang, Wu and Wang 1993, Ricolleau, Denquin and Naka 1994, Dimiduk, Sun and Hazzeldine 1995)。しかしながら層状組織境界における添加元素の偏析挙動などの局所的な組成変化については、わずかなアトムプローブ分析の結果が報告されているのみであり(Hanamura, Uemori and Tanino 1988, Larson, Liu and Miller 1997)、系統的な研究は行われていない。これは主として界面近傍の微少領域における分析の困難さに起因している。

そこで本研究では界面近傍の微少領域における組成変化を系統的に調べるために電解放射型電子銃を搭載した透過電子顕微鏡を用いた。電界放射型電子銃では非常に高い電界を用いて電子を引き出すことにより非常に高密度の電子を引き出すことができ、高輝度の電子ビームが得られる。これによりプローブ径の縮小が可能となり、より高い分解能、より精密な分析が可能となっている。本装置を用いて 2 元系およびいくつかの 3 元系 TiAl/Ti₃Al 二相化合物中の TiAl/TiAl 層状組織境界面近傍における化学組成変化を調べた。得られた結果から高エネルギー界面近傍における組成変化と格子のミスマッチとの相関について考察する。

4.2. 実験方法

本研究では，2 元系および Cr, Nb, Mo, Ta, Mn をそれぞれ添加した 3 元系 PST 結晶ならびに Sn を添加した一方向凝固(DS)材を試料として用いた．それぞれの試料作製に用いた母合金の組成は2 元系 PST では Ti-49.3at.%Al, 3 元系 PST では Ti-48.4at.%Al-0.6at.%X(X= Cr, Nb, Mo, Ta), Ti-48.4at.%Al-1.0at.%Y(Y= Cr, Mn), Sn 添加 DS 材では Ti-44.0at.%Al-2.0at.%Sn とした．これらの組成を持つ母材から光学式浮遊帯域溶融法により PST 結晶および DS 材を育成した．結晶の成長速度は PST 結晶では 5mm/h, DS 材では 40mm/h とした．このうち DS 材に関しては育成後，1050°C で 48 時間の均質化焼鈍を行った．

これらの結晶から放電加工機を用いて層状組織境界面に垂直な $\{\bar{1}10\}$ 面に平行に薄片を切り出し，機械研磨により約 120mm まで研磨後，Twin Jet 法により電解研磨した．電解研磨は 5%硫酸+95%メタノールの混合液を用いて，液温約-15°C，電圧 10V，電流 90～100mA の条件で行った．

透過電子顕微鏡観察には電解放射型電子銃を搭載した透過電子顕微鏡(JEOL JEM-2010F)を用いた．層状組織境界面の構造は高分解能観察およびナノ回折により調べた．組成分析は透過電子顕微鏡内でのエネルギー分散型 X 線分光法(EDS)により行った．組織観察および EDS 分析時の加速電圧は 200kV とし，入射ビームの方向は規則双晶境界では両方の，120°回転境界，擬双晶境界では片方の結晶の $[\bar{1}10]$ 方向に平行となるようにした．

EDS 分析は界面上および界面から約 5nm ずつ離れた点の計 3 点について行った．また各境界に関して少なくとも 3 組以上の分析を行った．EDS 分析時およびナノ回折に用いた電子線のプローブ径はそれぞれ約 1.0nm と 3.0nm とした．

4.3. 実験結果

各試料中の 3 種類の TiAl/TiAl 層状組織境界とその近傍における EDS 分析の典型的な結果を表 4.1 に示す．表 4.1 に示した値に関しては，吸収補正や蛍光補正などのデータの補正は行わなかった．表には層状組織中に存在している Ti_3Al 相の組成も示してある．以下でこれらの分析結果の詳細と高分解能観察の結果およびナノ回折実験の結果について示す．

表 4.1 TiAl/TiAl 層状組織境界上および境界近傍における化学組成 (at.%).

		Ordered twin boundary			120°-rotational boundary			Pseudo-twin boundary			Ti ₃ Al
		$[\bar{1}10]$ domain	Boundary	$[1\bar{1}0]$ domain	$[\bar{1}10]$ domain	Boundary	$[0\bar{1}1]$ domain	$[\bar{1}10]$ domain	Boundary	$[\bar{1}01]$ domain	
Binary PST	Ti	52.86	51.72	51.12	50.02	54.65	48.79	50.39	54.79	52.58	62.61
	Al	47.14	48.28	48.88	49.98	45.35	51.21	49.61	45.21	47.42	37.39
1.0Cr-doped PST	Ti	53.73	53.63	54.80	53.20	53.80	53.60	49.55	50.84	47.69	59.82
	Al	42.94	43.67	42.33	44.61	41.40	43.97	48.14	44.55	49.77	36.37
	Cr	3.33	2.70	2.87	2.19	4.80	2.43	2.31	4.61	2.54	3.81
0.6Cr-doped PST	Ti	51.75	50.50	50.21	49.43	54.85	50.02	49.00	54.60	51.74	60.96
	Al	47.92	49.15	49.39	50.25	44.44	49.63	50.63	44.49	47.93	38.23
	Cr	0.33	0.35	0.40	0.32	0.71	0.35	0.37	0.91	0.33	0.81
0.6Mo-doped PST	Ti	51.20	53.87	48.27	52.20	54.13	52.41	49.53	53.76	50.65	60.77
	Al	47.63	44.88	50.42	46.66	44.42	46.60	49.52	44.42	48.42	37.59
	Mo	1.17	1.25	1.31	1.14	1.45	0.99	0.90	1.82	0.93	1.64
0.6Ta- doped PST	Ti	50.93	51.83	50.60	51.47	52.94	50.20	49.31	53.58	50.22	61.82
	Al	48.49	47.62	48.91	48.04	46.23	49.32	50.20	45.66	49.30	37.47
	Ta	0.58	0.55	0.49	0.49	0.83	0.48	0.49	0.76	0.48	0.71
1.0Mn-doped PST	Ti	49.19	51.86	51.09	49.70	53.90	49.19	48.98	53.43	51.56	62.96
	Al	50.28	47.50	48.39	49.81	45.57	50.34	50.42	46.02	47.74	36.45
	Mn	0.53	0.64	0.52	0.49	0.53	0.47	0.60	0.55	0.70	0.59
0.6Nb-doped PST	Ti	49.31	51.17	51.64	48.09	52.31	50.17	49.41	52.65	50.46	63.97
	Al	49.64	47.91	47.22	50.85	46.57	48.75	49.55	46.24	48.15	34.92
	Nb	1.05	0.92	1.14	1.06	1.12	1.08	1.04	1.11	1.39	1.11
2.0Sn-doped DS	Ti	54.89	54.92	56.03	55.05	57.60	55.04	55.76	59.36	55.79	68.53
	Al	44.00	43.93	42.79	43.88	40.19	43.66	43.10	37.32	43.00	26.21
	Nb	1.11	1.15	1.19	1.07	2.21	1.30	1.14	3.32	1.21	5.26

4.3.1. 2 元系 PST 結晶

図 4.2(a)に 2 元系 PST 結晶中の規則双晶境界の典型的な高分解能像を示す。図中には分析を行った点 A, B, C およびそれぞれの領域からのナノ回折図形も示してある。層状組織境界は図の中央に水平方向に存在している。点 A, C におけるナノ回折図形が示すように、入射ビームは互いの結晶の $[\bar{1}10]$ 方向に平行となっている。高分解能像から明らかなように、規則双晶境界は格子のミスマッチのない完全な整合境界であり、界面に析出物等は存在していない。さらに境界上の点 B からのナノ回折図形から、この界面が規則双晶境界

であること、さらに界面上に析出物等が存在していないことが確認できる。規則双晶境界における EDS 分析の結果を図 4.2(b)に示す。ここでは界面における組成変化をわかりやすく示すために、界面から 5nm 程度離れている分析点 A, C の組成を界面の組成との差で示している。図 4.2(b)から明らかなように規則双晶境界 B での組成は分析点 A, C における組成のほぼ中間の値となっている。ここで分析点 A, C での組成差は分析の誤差、主として分析時の回折条件の差に起因する誤差の範囲内のものであると考えられるので、実質的には規則双晶境界の組成はバルクの組成と同じであるといえる。

図 4.2(c)は 120°回転境界の高分解能観察の結果である。高分解能観察時の入射ビームの方向は図中のナノ回折図形が示すように、上側の結晶の $[\bar{1}10]$ 方向に平行となっている。高分解能像から明らかなように界面近傍には明らかに格子のミスマッチが存在しているが、第二相、析出物の存在は認められない。このことは図中に示す点 B におけるナノ回折図形により確認できる。120°回転境界とその近傍における EDS 分析の結果を図 4.2(d)に示す。境界面上の分析点 B における組成は、バルクの組成と大きく異なっており、Ti の組成が大きく増大していることがわかる。このように 120°回転境界の組成は Ti_3Al 相の組成に近づく傾向にある。

図 4.2(e)に擬双晶境界の観察例を示す。入射ビームの方向は上側の結晶の $[\bar{1}10]$ 方向に平行としている。120°回転境界の場合と同様、このタイプの界面においても格子のミスマッチが存在していることが認められるが、界面に析出物は存在していない。界面近傍における歪の分布を調べるため、高分解能像から層状組織境界に平行な方向そった明点の平均間隔、および層状組織境界面に平行な(111)面の面間隔の位置による変化を調べた。測定は界面転位のない領域において行った。この領域では 2 つの $TiAl$ ドメインはほぼ整合関係にある。図 4.3 に界面からの距離に対する明点の平均間隔の変化および(111)面の面間隔の変化をプロットしたものを示す。 $[\bar{1}01]$ に平行に電子線が入射している方の結晶では界面から約 10nm 離れた付近から界面に向けて明点の平均間隔が増大する傾向にある。これに対し入射ビームの方向が $[\bar{1}10]$ に平行となっている結晶に関しては、あまり顕著な変化が見られない。このような違いは入射ビームの方向が異なること、言い換えると投影されている原子列が結晶学的に異なっていることに起因していると考えられる。このことから

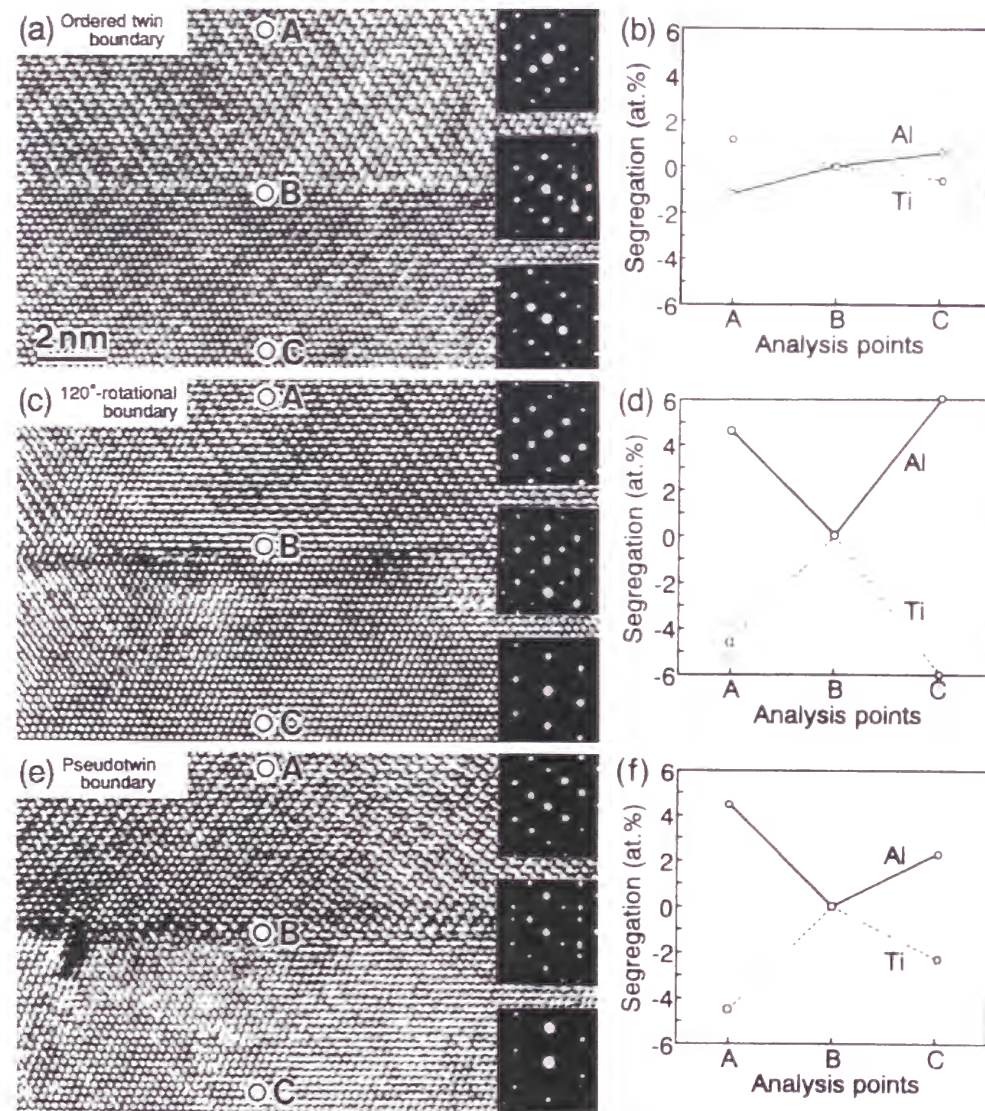


図 4.2 二元系 $TiAl$ PST 結晶中の 3 種類の $TiAl/TiAl$ 層状組織境界の組織と境界近傍における組成変化 (a,b)規則双晶境界,(c,d)120°回転境界, (e,f)擬双晶境界。

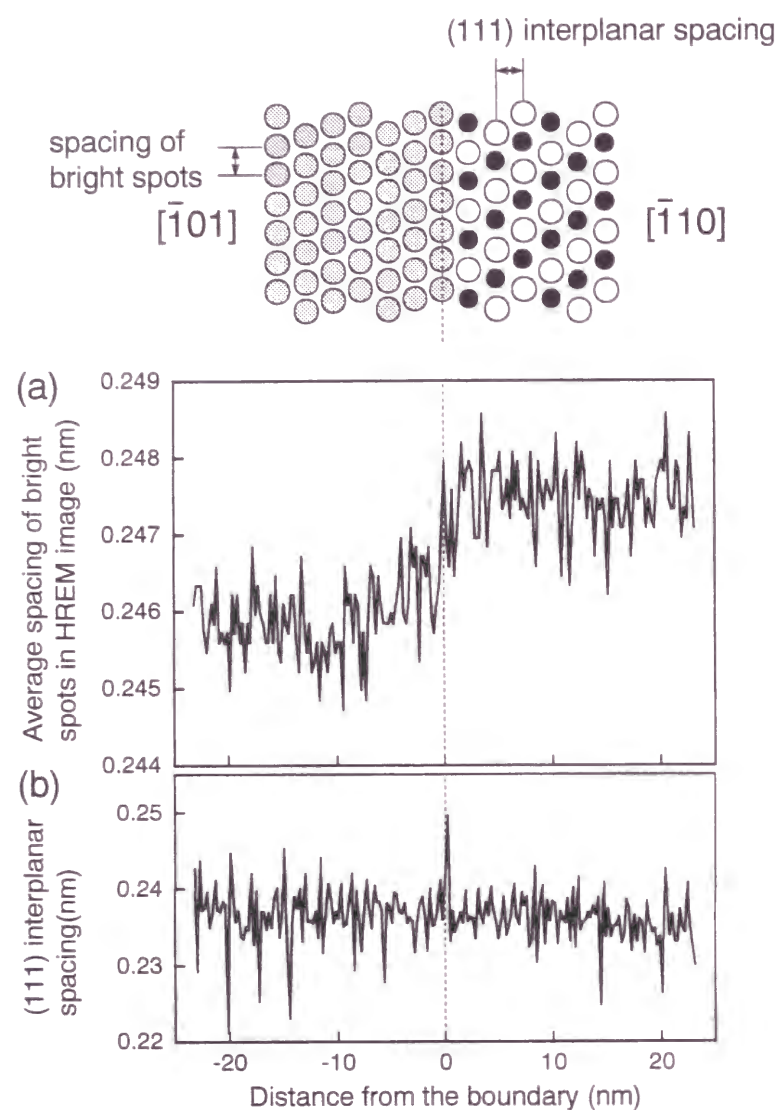


図 4.3 二元系 TiAl PST 結晶中の擬双晶境界近傍における(a) 明点の間隔および (b)(111)面の面間隔の変化.

歪の方向が結晶の $[\bar{1}10]$ 方向に近いこと、 $\langle 01\bar{1} \rangle$ 方向への変化が小さいことが推測できる。ここで隣接する2つのTiAlドメインの層厚さが等しいとすると、2つのTiAlドメイン中に同程度歪んだ領域が存在していると予想されるので、この界面に関しては歪んだ領域が界面から約10nm程度広がっているものと考えられる。図4.2(f)に擬双晶境界上およびその近傍でのEDS分析の結果を示す。この場合も境界面での組成はバルクのものとは大きく異なっている。120°回転境界のものと同様にTi濃度の増大が見られ、 Ti_3Al 相の組成に接近する傾向にあることがわかる。

4.3.2. 3 元系 PST 結晶および Sn 添加 DS 材

図4.4に1.0at.%Cr添加3元系PST結晶中に存在する3種類のTiAl/TiAl層状組織境界面の高分解能像および、それぞれ界面近傍におけるEDS分析の結果を示す。3種類の界面の構造はいずれも図4.2に示した2元系PST結晶中のものと同様である。それぞれの境界面上からのナノ回折図形が示すように、この場合も界面には明瞭な第二相は観察されない。

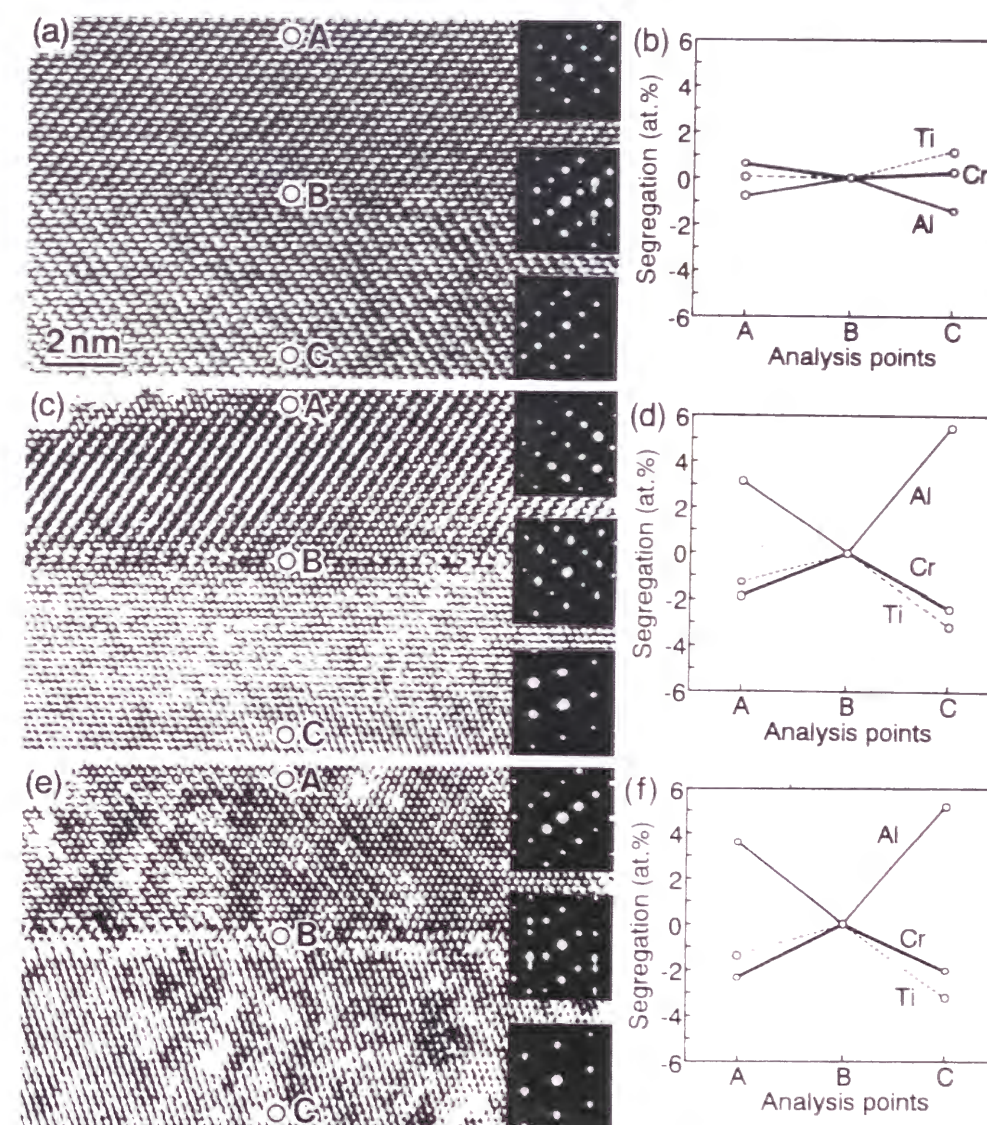


図 4.4 1.0at.%Cr 添加 TiAl PST 結晶中の 3 種類の TiAl/TiAl 層状組織境界の組織と境界近傍における組成変化 (a,b)規則双晶境界, (c,d)120°回転境界, (e,f)擬双晶境界.

図 4.4(b)に規則双晶境界上およびその近傍からの EDS 分析の結果を示す。Cr 添加材中の規則双晶境界においては、二元系 PST 結晶の場合と同様に境界上とバルクとの組成に大きな違いは見られない。これに対して高エネルギーの半整合界面である 120° 回転境界および擬双晶境界の組成はバルクのものとは大きく異なり、Ti と Cr 濃度の増大が観察された。Cr 添加材の場合、表 4.1 中に示したバルクの TiAl 相と Ti_3Al 相の組成から明らかなように Cr は TiAl 相よりも Ti_3Al 相の方に多く分配される傾向にある。このことから考えて、Cr 添加材の 120° 回転境界および擬双晶境界の組成も二元系の場合と同様に二相材中で TiAl 相と平衡する Ti_3Al 相の組成に近づく傾向にあると言える。

同様の組成変化の傾向が Mo または Ta を添加した PST 結晶および Sn 添加 DS 材においても観察された。表 2.1 中のバルクの TiAl 相と Ti_3Al 相の組成から明らかなように、これらの試料に関しても第三添加元素は TiAl 相よりも Ti_3Al 相の方に多く分配される傾向にある。このように Ti_3Al 相の方に多く分配されるような第三元素を添加した二相化合物中の 120° 回転境界、擬双晶境界では一般的に Ti および添加元素濃度が増大し、その組成が Ti_3Al 相に近づく傾向にあるとまとめることができる。

Mn および Nb を添加した PST 結晶では、表 2.1 に示すように TiAl 相および Ti_3Al 相にほぼ同程度添加元素が分配される傾向を示す。このタイプの試料中の高エネルギー界面である 120° 回転境界の高分解能像と EDS 分析の結果を図 4.5 に示す。図 4.5(b), (d)から明らかなように、 120° 回転境界においては Ti 濃度の増大が見られるが、添加元素の濃度はバルクのものとはほとんど同じである。添加元素の分配挙動と比較して考えると、Mn または Nb を添加した場合においても、高エネルギー界面の組成が Ti_3Al 相の組成に近づく傾向にあるといえる。また図 4.5(a), (c)に示すように界面の構造は二元系のもおよび Cr 添加材のものと同様である。界面では格子のミスマッチが存在しているがナノ回折図形からも明らかなように界面において第二相は存在していない。

以上のように第三元素を添加したいずれの試料においても一般的に規則双晶境界では顕著な組成変化は見られず、また 120° 回転境界および擬双晶境界といった高エネルギーの半整合界面においては構造は TiAl 相のままで組成が Ti_3Al 相のものに近づくという傾向が成立している。

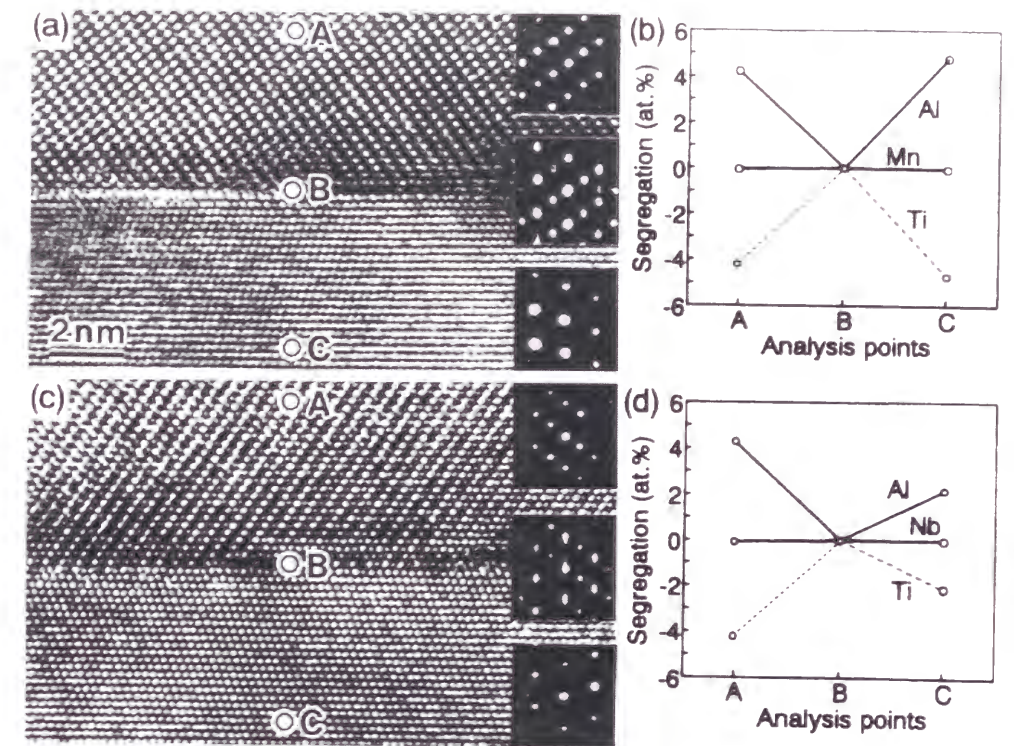


図 4.5 (a,b)1.0at.%Mn 添加および(c,d)0.6at.%Nb 添加 TiAl PST 結晶中の 120° 回転境界の組織と境界近傍における組成変化。

4.4. 考察

得られた結果から二元系、三元系を問わず 3 種類の TiAl/TiAl 層状組織境界の特徴は次のようにまとめられる。

- (1) 規則双晶境界は整合界面であり、組成の変化は見られない。
- (2) 120° 回転境界および擬双晶境界では格子のミスマッチが存在している。しかしながら界面において第二相の析出は認められず、界面においてもその構造は TiAl 相のままである。また界面における組成がバルクのものとは大きく異なり、層状組織中で TiAl 相と平衡する Ti_3Al 相の組成に近づく傾向を示す。

ここではこのような傾向を示す原因を高エネルギー半整合界面における歪緩和の機構と結び付けて考察する。

4.4.1. 二元系 PST 結晶の高エネルギー界面での歪緩和

§4.1 で述べたように 120° 回転境界および擬双晶境界では格子のミスマッチが存在して

いる。これは TiAl 相が正方晶であることため、(111)面上の $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向と $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向の近接原子間距離が等しくないということに起因している。界面に存在する歪みの量は次のようにしておおまかに見積もることができる(Kad et al. 1992)。簡単のため TiAl 相を等方弾性体とし、平面応力状態にあると仮定する。図 4.6(a), (b)に示すように 2 つの TiAl ドメイン(A, B)を互いの $[0\bar{1}1]$ 方向(PQ 方向とする)が共通となるように整合させる場合を考える。この場合、ドメイン A は PR 方向に $+e$, RQ 方向に $-e$ 歪まなければならない。歪 e の値は次のように評価できる。

$$e = 2 \frac{\sqrt{a^2 + c^2} - a\sqrt{2}}{\sqrt{a^2 + c^2} + a\sqrt{2}} = 2 \frac{\sqrt{1 + (c/a)^2} - \sqrt{2}}{\sqrt{1 + (c/a)^2} + \sqrt{2}} \quad (2).$$

3 つの $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向の方位関係および歪の大きさを考慮して、界面での歪状態をモール円で示すと図 4.6(c)のようになる。この場合、主軸の方向は図 4.6(d)に示すように共通の方向である PQ 方向からほぼ 45° の方向となる。ミスマッチ歪の大きさ(f_1, f_2)は主軸方向で表

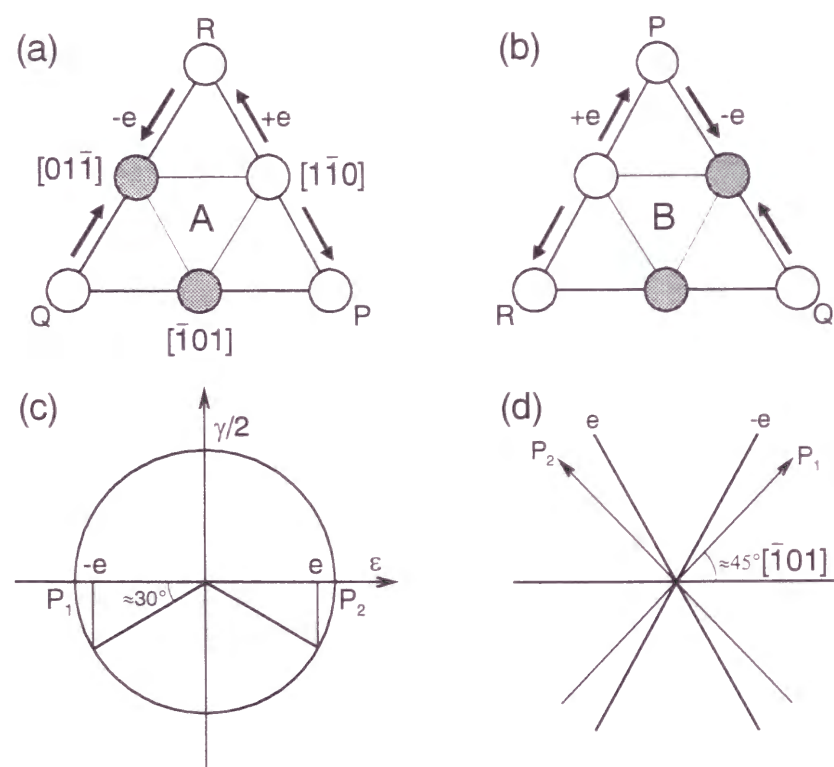


図 4.6 (a,b)TiAl の(111)面の原子配列, (c)A ドメインに生じる歪のモール円表示, (d)A ドメインの歪の主軸方向。

すと以下ようになる。

$$f_1 = -f_2 \approx \frac{e}{\cos 30^\circ} = \frac{2}{\sqrt{3}}e \quad (3).$$

TiAl 相の c/a の値は 1.019 であるので、ミスマッチの大きさは 0.011 と見積もることができる。仮に完全に整合な界面が形成された場合を考えると、主応力の値は平面応力状態にある等方弾性体とみなして評価すれば $\pm Ef/(1+\nu) \approx 1.5\text{GPa}$ となり、非常に大きな弾性応力が界面近傍に存在することになる。一般にこのようなミスマッチが存在する場合は半整合界面が形成され、ミスフィット転位の導入によりミスフィット歪は部分的に緩和される。実際ミスフィット転位についてはこれまでに多くの観察例が報告されている(Kad et al. 1992, Hazzeledine et al. 1992)。本研究で観察された界面近傍での組成変化は界面のミスマッチを緩和する機構の一つであると考えられる。

図 4.7 に二元系の TiAl 相の格子定数 a, c の Al 濃度依存性のデータ(笠原, 橋本, 土肥, 辻本 1987)から評価した $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向と $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向の近接原子間距離の Al 濃度依存性を示す。図中には Ti_3Al 相の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向の近接原子間距離もあわせて示してある(乾, 戸田, 岸田, 白井, 山口 1995)。すべての近接原子間距離は Al 濃度の減少, すなわち Ti 濃度の増大に伴い大きくなる傾向を示す。図から明らかなように $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向の近接原子間距離の変化率が, $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向のものよりも大きいため, 2 つの近接原子間距離の差は Al 濃度の減少, Ti

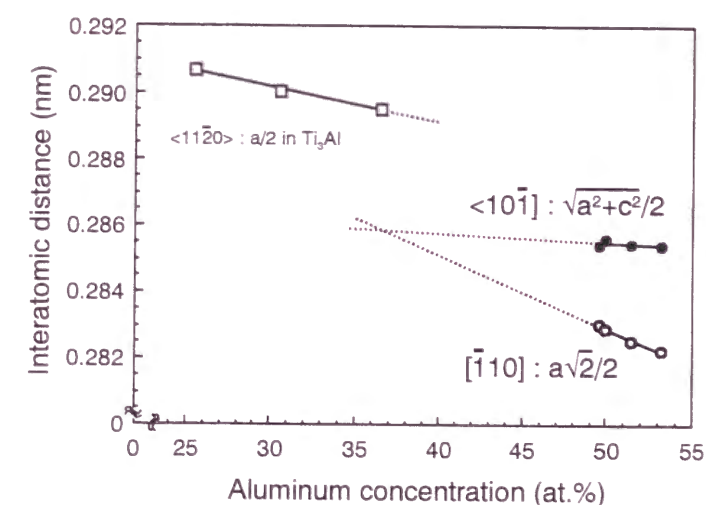


図 4.7 TiAl 相の $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向, $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向の近接原子間距離および Ti_3Al 相の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向の近接原子間距離の Al 濃度依存性。

濃度の増加に伴って減少する傾向を示す。ここで 2 つの近接原子間距離の Al 濃度依存性を直線回帰し、仮想的に Ti-rich 側へ外挿してみると 36~37at.%Al の組成、すなわち二相化合物中で TiAl 相と平衡している Ti_3Al 相の組成とほぼ等しい組成のところでこれら 2 つの近接原子間距離は等しくなる。これは仮想的にはこの組成において TiAl 相の軸比 c/a の値が 1 となることに対応する。120°回転境界や擬双晶境界近傍において Ti-rich 組成の領域が存在していると、組成変化に伴って軸比 c/a が 1 に近づき、 $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向と $\langle 0\bar{1}1 \rangle$ 方向の近接原子間距離の差が小さくなるため格子のミスマッチは局所的に緩和されることになる。いいかえれば界面近傍の Ti-rich 組成を持つ領域が存在する原因は、界面のミスマッチを局所的に緩和するためであると考えられる。このような歪の緩和は、界面の組成が軸比 $c/a = 1$ となる組成、すなわち Ti_3Al 相に近い組成に近づけば近づくほどより効率よく行われることが予想される。また図 4.7 中から明らかなように Ti_3Al 相の $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向の近接原子間距離は TiAl 相の $\langle \bar{1}10 \rangle$ 方向の近接原子間距離よりもずっと大きな値を取る。仮に界面近傍の Ti-rich 領域が Ti_3Al 相であったとすると、歪緩和の観点からは決して有効ではなく、むしろ悪影響を及ぼすことは明らかである。このような理由により界面近傍の Ti-rich 組成を持つ領域は Ti_3Al 相ではなく、TiAl 相の構造を保存しているものと考えられる。

4.4.2. 添加元素の影響

三元系の場合についても高エネルギー界面の組成は Ti_3Al 相に近づくという傾向が一般的に成り立っているため、同様の機構により界面近傍の歪が緩和されているものと思われる。第三元素を添加による効果としては、まずバルクの TiAl 相の軸比 c/a が変化することがあげられる。数%程度まで Cr, Mo, Mn を添加した場合、第三元素量の増大に伴い、 c/a の値は次第に 1 に近づく傾向を示す(Vujic et al. 1988, Kawabata et al. 1993, Maeda et al. 1991, Tsujimoto and Hashimoto 1989)。これらの場合、高エネルギー界面に存在するミスフィット歪が二元系のものよりも小さくなるため、二元系の場合よりも効率よく界面の歪が緩和されると思われる。荷重軸が層状組織境界に対して傾いている方位の二元系および Cr, Mo, Mn 添加三元系 PST 結晶を大気中で引張変形した場合の破断面の様式を比較してみると、二元系のものでは主として層状組織境界面にそって破断がおきるのに対し、Cr, Mo,

Mn 添加三元系 PST 結晶は、層状組織境界を横切るように破断する(Oh et al. 1993a, b, Yamaguchi and Inui 1993)。このことは実際に Cr, Mo, Mn の添加により高エネルギーの層状組織境界面の脆弱さが軽減されていることを意味している。二元系、三元系を問わず同じ歪緩和の機構が働いていると考え、Cr, Mo, Mn 添加の効果は主として高エネルギー界面の歪量減少に伴う歪の緩和効率の増加によるものであると考えられる。

またこれらの元素の場合は、添加元素だけが単独で高エネルギー界面近傍に偏析することによっても、界面近傍の歪エネルギーを緩和することができると考えられる。しかし Cr, Mo を添加した場合には添加元素のみの偏析ではなく Ti 濃度の増大も伴っていた。また同様に c/a を減少させる Mn に関しては Ti 濃度の増大は認められるが、Mn の高エネルギー界面への偏析は認められなかった。したがって第三元素の偏析機構には歪エネルギーの存在だけでなく、その他の要因、たとえば組成変化に伴う化学結合状態の変化なども関与しているものと考えられる。

4.4.3. 歪の分布と組成変化の関係

図 4.3 で示したように、二元系 PST 結晶中の擬双晶境界では界面から 10nm 程度の領域に弾性的に歪んだ領域が形成されており、そこでの歪量はほぼ直線的に変化している。図 4.3 中で示した明点の間隔は、入射ビームの方向が $[\bar{1}10]$ 方向である結晶に関しては $[11\bar{2}]$ 方向への $[\bar{1}10]$ 原子列の間隔、 $[\bar{1}01]$ 方向である結晶に関しては $[1\bar{2}1]$ 方向への $[\bar{1}01]$ 原子列の間隔に対応している。TiAl 相の格子定数の Al 濃度依存性から評価したこれら 2 つの原子列の間隔、すなわち $\langle 11\bar{2} \rangle$ 方向への $\langle \bar{1}10 \rangle$ 原子列の間隔、および $\langle 1\bar{2}1 \rangle$ 方向への $\langle \bar{1}01 \rangle$ 原子列の間隔の Al 濃度依存性を図 4.8 に示す(笠原ら 1987)。この図から考えると図 4.3 で見られたような歪の分布に対応して図 4.9 のような濃度変化をすれば、歪エネルギーを緩和する目的には最も理想的な界面の構造となることが予想される。

このような観点から界面近傍の歪の分布と組成変化との相関を調べることは非常に興味深いことであると言える。そこで最も組成変化が顕著であった Sn 添加 DS 材を用いて、擬双晶境界における歪の分布と組成変化との相関について調べた。図 4.10 に組成、明点の間隔、(111)面の面間隔の位置による変化を示す。図 4.10(b)に示すように歪の分布の傾向は二元系の場合とほぼ同様であり直線的に変化している。この場合、歪は界面から約

15nm の領域に存在している．この値は二元系のものより大きくなっているが，これは Sn 添加によるラメラ厚さの変化や熱処理の影響であると考えられる．歪の変化の割合は二元系のものより小さくなっているが，これは Sn 添加により軸比 c/a の値が減少することを反映していると考えられる．このような歪の分布に対し，組成の変化は非常に複雑な傾向を示す．Sn および Ti の組成は図 4.9 に示した理想的な分布とは大きく異なり，界面直上において非常に高いピークを示し，そのメインピークの両脇に小さなサブピークを伴っている．このような複雑な組成変化をする原因は次のように考えられる．高エネルギー層状

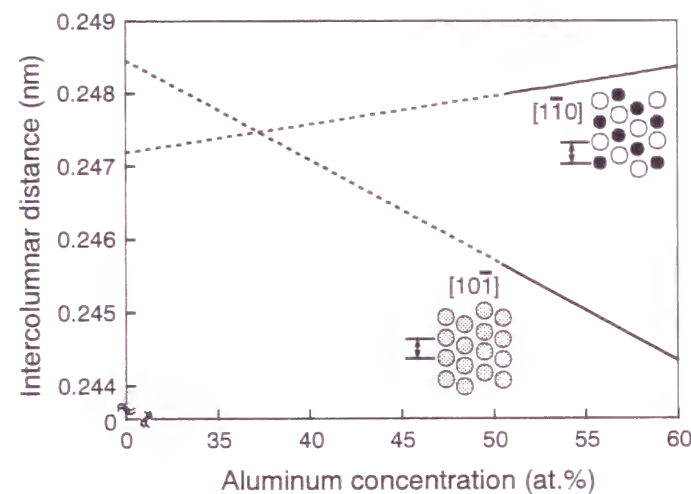


図 4.8 TiAl 相の $\langle 11\bar{2} \rangle$ 方向への $\langle 1\bar{1}0 \rangle$ 原子列の間隔および $\langle 1\bar{2}1 \rangle$ 方向への $\langle 10\bar{1} \rangle$ 原子列の間隔の Al 濃度依存性.

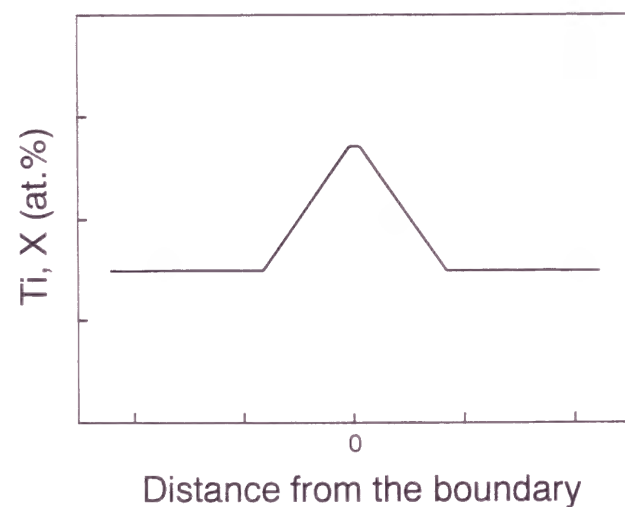


図 4.9 歪を最も効率よく緩和する濃度分布の模式図.

組織境界面での歪エネルギーを緩和するために組成変化が生じるとき，界面への Ti および添加元素が拡散して界面近傍に流入してくることが必要である．一般に拡散による溶質原子の流入が起こるときには，高濃度領域の両側には濃度が落ち込んだ領域が形成されると考えられる．このような拡散の観点から予想される濃度変化と，歪の観点から予想される濃度変化の競合によって，図 4.10(a)に見られるような複雑な濃度変化が起きる可能性が考えられる．

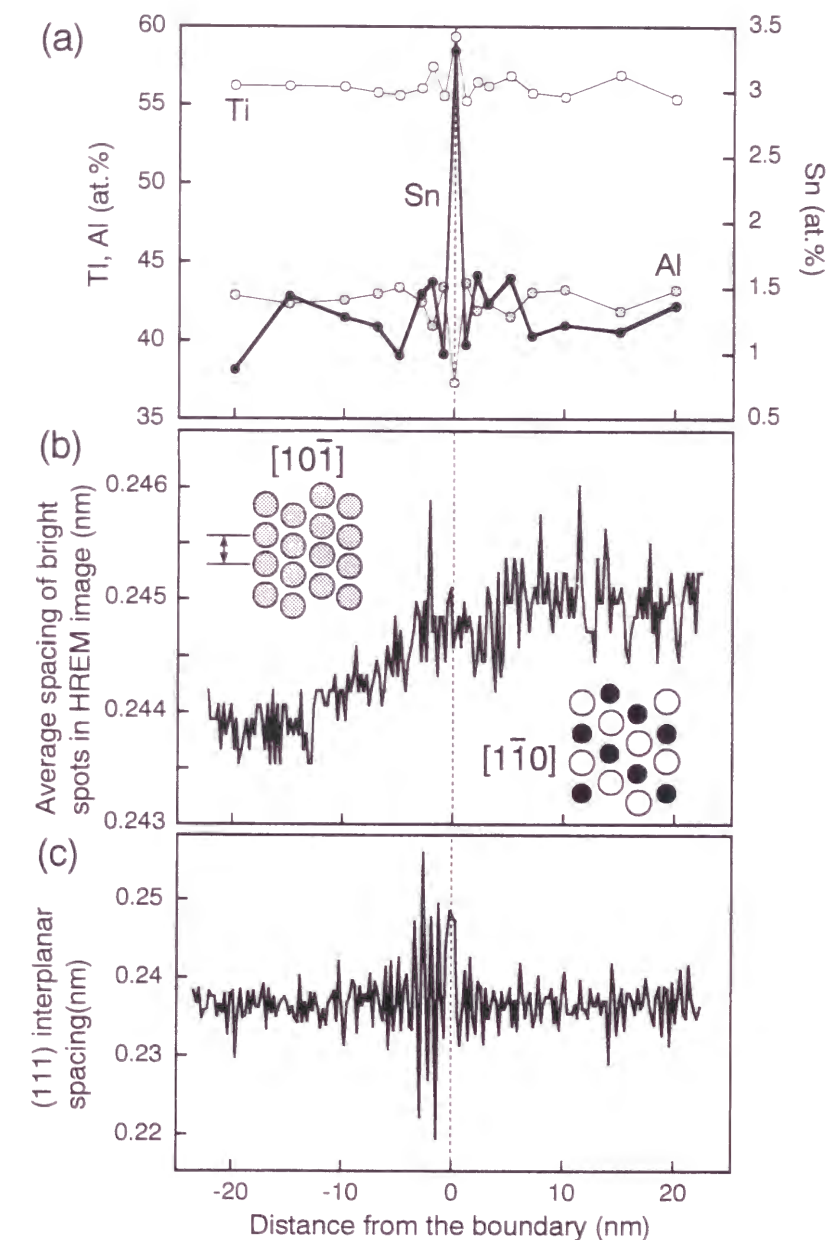


図 4.10 Sn 添加 TiAl DS 材中の擬双晶境界近傍における(a)組成，(b)明点の間隔および(c)(111)面の面間隔の変化.

TiAl/Ti₃Al 二相化合物の層状組織は、Ti₃Al 相の高温相である不規則α相中に TiAl 相が板上に析出し、その後の降温過程でα相が規則化して Ti₃Al 相となることにより形成される。この過程において、ランダムに核生成した TiAl ドメインが成長し他のドメインと接した場合に TiAl/TiAl 層状組織境界が形成される。このとき形成初期段階には界面に非常に薄い Ti₃Al 層が残留している場合も考えられる。残留している Ti₃Al 相が十分な量存在していれば、界面から Ti と添加元素が流出していくことが可能となり図 4.9 のような理想的な濃度変化を実現することができるはずである。しかしながら実際に観察される濃度変化は非常に複雑な形状を示していることから、界面に Ti₃Al 相が残留していなかった、もしくはごく少量しか残留していなかったため、図 4.9 のような理想的な濃度変化を実現するにはさらに Ti, 添加元素の流入が必要であったと考えられる。

以上のように高エネルギー界面への Ti および添加元素の偏析が拡散を伴うものであると考えると、その偏析挙動は層状組織形成後の熱処理により変化することが予想される。このことは熱処理により脆弱な高エネルギー界面の性質を制御して、二相化合物の力学物性の改善の可能性を示唆している。また歪の分布状況は層状組織の組織要素、とくに層の厚さにより変化する(Hazzledine et al. 1992)。したがって界面への偏析と歪との関連を解明するには、さらに熱処理の変化、層状組織の組織要素による偏析挙動の変化を系統的に調べる必要があると思われる。また本研究では歪エネルギーと偏析の関連について調べたが、界面への偏析にともない界面の化学結合状態も変化しているはずである。特に第三元素の偏析機構を明らかにするためにもこの方面からの研究も必要であると考えられる。

4.5. 結言

2 元系およびいくつかの 3 元系 TiAl/Ti₃Al 二相化合物中の TiAl/TiAl 層状組織境界面の構造と、層状組織境界面近傍における化学組成変化を電界放射型電子銃を搭載した透過電子顕微鏡を用いて調べた。得られた結果は次のようにまとめられる。

- (1) 二元系および三元系の二相化合物中の規則双晶境界は整合界面であり、界面での組成はバルクのものと本質的に等しい。
- (2) いずれの試料に関しても 120°回転境界および擬双晶境界では、TiAl 相が正方晶で

あることに起因して格子のミスマッチが存在し、半整合界面が形成されている。これら 2 種類の層状組織境界では界面近傍で局所的な組成変化が見られる。今回分析を行ったすべての試料に関して、界面において Ti 濃度の増大が観察される。また Cr, Mo, Ta, Sn を添加した試料に関しては Ti のみならず添加元素の濃度の増大が観察された。

- (3) 120°回転境界、擬双晶境界の組成は、層状組織中で TiAl 相と平衡している Ti₃Al 相の組成に近づく傾向にあるが、界面の構造は TiAl 相のものが保持されている。
- (4) 120°回転境界、擬双晶境界における組成変化には、界面近傍での軸比 c/a の値を 1 に近づける効果があると考えられる。これにより界面近傍におけるミスマッチを部分的に緩和していると考えられる。
- (5) Sn 添加 DS 材の擬双晶境界の組成変化は、界面でのメインピークのすぐ脇にサブピークを伴うといった複雑な挙動を示す。このような挙動を示す原因には、歪エネルギーの緩和機構と拡散の競合が考えられる。

参考文献

- Dimiduk, D.M., Sun, Y.Q., and Hazzledine, P.M., 1995, High Temperature Ordered Intermetallic Alloy VI, edited by J. Horton, I. Baker, S. Hanada, R.D. Noebe and D.S. Schwartz (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 599.
- Fujiwara, T., Nakamura, A., Hosomi, M., Nishitani, S.R., Shirai, Y., and Yamaguchi, M., 1990, Phil. Mag. A, 61, 591.
- Hanamura, T., Uemori, R., and Tanino, M., 1988, J. Mater. Res., 3, 656.
- He, L.L., Ye, H.Q., Ning, X.G., Cao, M.Z., and Han, D., 1993, Phil. Mag., A, 67, 1161.
- Hezzledine, P.M., Kad, B.K., Fraser, H.L., and Dimiduk, D.M., 1993, Intermetallic Matrix Composites II, edited by D.M. Miracle, D.L. Anton and J.A. Graves (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 81.
- Honda, T., Tomita, T., Kaneyama, T., and Ishida, Y., 1994, Ultramicroscopy, 54, 132.
- Inui, H., Nakamura, A., Oh, M.H., and Yamaguchi, M., 1991, Ultramicroscopy, 39, 268; 1992, Phil. Mag. A, 66, 557.
- Kad, B.K., and Hazzledine, P.M., 1992 Phil. Mag. Lett., 66, 133.

Kawabata, T., Tamura, T., and Izumi, O., 1993, Metall. Trans. A, 24, 141.

Larson, D., Liu, C.T., and Miller, M.K., 1997, Intermetallics, 5, 497.

Maeda, T., Okada, M., and Shida, Y., 1991, High Temperature Ordered Intermetallic Alloy IV, edited by L.A. Johnson, D.P. Pope and J.O. Stieger (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 555.

Mahon, G.J., and Howe, J.M., 1990, Metall. Trans. A, 21, 1655.

Oh. M.H., Inui, H., Misaki, M., Kobayashi, M., and Yamaguchi, M., 1993a, High Temperature Ordered Intermetallic Alloy V, edited by I. Baker, R. Darolia, J.D. Whittenberger and M.H. Yoo (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 1001.

Oh. M.H., Inui, H., Misaki, M., and Yamaguchi, M., 1993b, Acta Metall. Mater., 41, 1939.

Ricolleau, Ch., Denquin, A., and Naka, S., 1994, Phil. Mag. A, 69, 197.

Tsujimoto, T., and Hashimoto, K., 1989, High Temperature Ordered Intermetallic Alloy III, edited by C.T. Liu, A.I. Taub, N.S. Stoloff and C.C. Koch (Pittsburgh, Pennsylvania: Materials Research Society), p. 391.

Vujik, D., Li, Z.X., and Whang, S.H., 1988, Metall. Trans. A, 19, 2445.

Yamaguchi, M., and Inui, H., 1993, Structural Intermetallics, edited by R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle and M.V. Nathal (Warrendale: Pennsylvania: The Minerals, Metals & Materials Society), p. 127.

Yang, Y.S., Wu, S.K., and Wang, J.Y., 1993, Phil. Mag. A, 67, 463.

Zhao, L., and Tangri, K., 1991, Acta Metall. Mater., 39, 2209; 1992, Phil. Mag., A, 65, 1065.

乾晴行, 戸田欣樹, 岸田恭輔, 白井泰治, 山口正治, 1995, 日本金属学会誌, 59, 586.

笠原和男, 橋本健紀, 土肥春夫, 辻本得蔵, 1987, 日本金属学会誌, 51, 278.

第 5 章 総括

本研究では TiAl/Ti₃Al 二相化合物が形成するさまざまな組織形態の中で最も重要視されている層状組織に着目し, その本質的な性質を明らかにすることにより層状組織の有効利用のための指針を得ることを目的とした。まず層状組織粒の本質的な変形機構や力学物性を明らかにするために, 層状組織を一方向に制御した TiAl polysynthetically twinned crystal (PST 結晶)を用いて, 荷重軸方位および温度の関数として圧縮,引張試験を行い, 機械的性質を評価した。同時に変形後の試料中の TiAl 相および Ti₃Al 相で活動する変形モードを系統的に調べ, マクロな形状変化と比較することにより層状組織の変形機構を明らかにした。次に PST 結晶の変形に関する知見から多結晶体の変形を考えるための基礎として, 双結晶状の結晶(bi-PST 結晶)を拡散接合により作製し, その変形挙動を調べた。また層状組織の力学物性に大きな影響を及ぼす高エネルギー層状組織境界面の性質改善のための指針を得るため, 層状組織境界近傍での添加元素の偏析挙動などの局所的な組成変化について調べた。各章で得られた結果は次のようにまとめられる。

第 1 章では研究の背景および層状組織の構造, 研究方針について述べた。

第 2 章では TiAl PST 結晶の機械的性質および変形組織について述べ, ミクロな変形モードとマクロな形状変化を結び付けることにより層状組織粒そのものの変形機構を明らかにした。800°C 以下の温度域では二相化合物中の TiAl 相では変形双晶, 普通転位, 超格子転位の 3 種類の変形モードの活動により変形可能であり, これらのうちのいずれが活動するかについては, TiAl ドメインの結晶方位だけでなく, TiAl ドメイン間の歪の適合性が大きく関与している。層状組織境界に平行な方向または傾いた方向から荷重した場合, これら 3 種類の変形モードのうちの一つが単独で, もしくは複数が組み合わさって活動することによりすべての TiAl ドメインが巨視的に同じ歪成分を出す, といったある種共同作業的ともいえるような変形をする。その結果, これらの方位の変形では巨視的には TiAl ドメイン間の歪の適合性が満たされた状態で起こる。このことがこれらの方位の延性を比較的良好なものにしている原因であると考えられた。これに対し層状組織境界に垂直に荷重した場合には, すべての TiAl ドメインが互いの変形を拘束しあい, さらに Ti₃Al ラメラも変形を拘束しているという理由により, 変形応力が他の方位に比べて非常に高くなると考えら

れた。本章で示した層状組織粒の変形機構に関する知見は多結晶の変形挙動を予測するのに十分な基礎的データとなると確信する。現在、研究がさかんに行われている集合組織や有限要素法を用いた多結晶の変形挙動の予測などの分野で応用されることが期待される。

第3章ではPST結晶の変形機構に関する知見を多結晶体に応用するための第1段階として、方位の異なるPST結晶同士を拡散接合することにより双結晶状の結晶(bi-PST結晶)を作製し、その機械的性質を評価した。得られた結果をPST結晶の変形に関する知見から解釈し、層状組織粒同士からなる結晶粒界が変形に及ぼす影響を考察した。その結果、双結晶の変形挙動はPST結晶の変形挙動から予測することが可能であることがわかった。構成結晶間の対称性が低い組み合わせの接合界面近傍では、単結晶状のPST結晶本来の変形のほかに付加的な変形が導入される必要がある。実際、接合界面近傍ではそのような変形が一部導入されているのが観察されたが、PST結晶の力学物性の異方性のためにマクロな塑性歪の適合性を完全に満たすほど十分には塑性変形が導入されておらず、接合界面近傍に応力集中が生じることになる。このことが粒界でのクラックの形成を助長し、低い塑性変形量での破壊に結びついていると考えられた。このような結果から層状組織粒の持つ機械的性質の異方性により層状組織粒からなる多結晶体の粒界に歪の不適合が生じることで延性を乏しくしている原因の一つであることが考えられた。

第4章では層状組織粒の機械的性質、とくに破壊挙動に大きな影響を及ぼしている高エネルギー層状組織境界近傍における添加元素の偏析など、局所的組成変化について調べ、それによる歪の緩和機構について考察した。TiAl/TiAl層状組織境界のうち120°回転境界と擬双晶境界は半整合の高エネルギー界面であり、非常に脆弱であることが知られているが、これらの界面ではバルクに比べてTiの濃度が増大が観察された。またCr, Mo, Ta, Snを添加した3元系の二相化合物の場合にはさらに添加元素の偏析も認められた。いずれの場合も界面での組成はTi₃Al相に近づく傾向にあった。このような局所的な組成の変化が生じる原因として、界面に存在している格子のミスマッチを考えた。界面近傍で組成が変化することにより局所的に軸比が1に近づくと考えられるため、これにより界面の歪を部分的に緩和し、層状組織の安定性を高めているものと考えられた。このような局所的な組成変化にはTiおよび添加元素の拡散が関与していると考えられるため、熱処理による高エネル

ギー界面の性質制御の可能性が示唆された。

以上の結果からTiAl/Ti₃Al二相層状組織からなる多結晶体の延性を乏しくしている要因として、層状組織粒が持つ力学物性の強い異方性が問題であることは明らかである。多結晶体の低い延性を改善する方法の一つとして、まずこのような力学物性の異方性を低減させることが考えられている。具体的には、引張延性に対して有害であるN方位の変形能を向上させること、A, N方位と中間方位との強度差を低減させることが必要となる。N方位の強度を低下させる方法として、変形を拘束する要因であるTi₃Al相のc軸成分を含む変形の困難さを低減することが考えられている。Ti₃Al相の強度はAl濃度に強く依存し、Al濃度の低下に伴い強度が低下することが見出されている。このことからTi₃Al相中のAlサイトを置換するような合金元素はTi₃Al相の強度を低下させる可能性を持っていると考えられる。しかし現在のところそのような添加元素は見つかっていない。また、このような力学物性の異方性は層状組織という組織形態を取る限り、多かれ少なかれ存在することは明らかであり、異方性の低減による延性化には限界があるように思われる。このため異方性を有効に利用する方法を考えるほうが得策であると思われる。

層状組織境界に平行に荷重した場合には比較的良好な強度、延性が得られることが明らかとなった。またこの方位の場合、破壊靱性も良好である。したがって層状組織のもつ力学物性の異方性を有効に利用する方策として、すべての層状組織粒の荷重軸方位が平行方位となっているような組織を一方向凝固法などにより作り込むことが考えられる。このような組織が得られれば、強度、延性、破壊靱性などにおいてバランスのとれた性質が得られるものと考えられる。現在、一方向凝固法によりこのような組織を得ることが可能であることが明らかにされている。このような平行方位からなる一方向凝固材の変形挙動を理解するためにも本研究で得られたPST結晶の変形機構に関する知見、bi-PST結晶の変形挙動に関する知見が役立つものと考えられる。

Appendix 1 塑性歪の評価

§2.4.2において述べたように，本研究ではTiAl相中で活動する変形モードの観察結果からマクロな塑性歪を評価し，TiAlドメイン間での歪の適合性を考慮することによりPST結晶の変形機構について考察した．ここでは本研究で用いた A_1 , A_2 , B_1 , B_2 , N方位の5種類の方位を有するPST結晶中のTiAl相で活動可能な変形モードと，それらの活動により生じる塑性歪量の計算結果について示す(表A.1-A.7)． A_1 , A_2 方位に関しては圧縮，引張変形の両方の場合についての計算結果を，その他の方位に関しては圧縮変形の場合についての計算結果のみ示してある．ここに示す塑性歪量は，いずれの方位のものに関しても図2.4で示したように層状組織境界面をxz面とし荷重軸方位がx軸晶帯上となっている座標系に対する値である．また各ドメインに対する座標系は表2.1に示す通りである．§2.4.2では各TiAlドメインのマクロな塑性歪量 e_{ij} を考察する際に，すべりや変形双晶の活動する量や結晶のサイズに依存する値としてSというパラメータを用いたが，本章の表A.1-A.7では e_{ij} の評価の際に e_{0xy} 成分(すべり方向を x_0 ，すべり面法線方向を y_0 とした座標系での歪成分)として，各変形モードのバーガースベクトルの大きさをすべり面の間隔で割った値の1/2の値を用いている．これは§2.4.2に示した値をそれぞれのSパラメータで割った値に対応している．したがって§2.4.2で仮定した複数の変形モードに関するSパラメータの比の値は，表に示した e_{ij} の値を比較することにより見積もることができる．

表A-1 A_1 方位を有するPST結晶の圧縮変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	0.000
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	-1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	1.061
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.061
	1/2[110]	-0.333	0.333	0.000	0.408	-0.289	0.118
(111)	[011]	1.000	0.000	-1.000	-0.204	0.577	0.354
	[101]	0.333	0.667	-1.000	0.612	0.000	0.589
	1/2[112]	0.667	0.333	-1.000	0.204	0.289	0.471
	1/2[110]	0.333	-0.333	0.000	0.408	-0.289	-0.118
	[011]	0.333	0.667	-1.000	-0.612	0.000	0.589
(111)	[101]	1.000	0.000	-1.000	0.204	0.577	0.354
	1/2[112]	0.667	0.333	-1.000	-0.204	0.289	0.471
	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.204	0.577	0.000
	[011]	-0.667	0.667	0.000	0.204	-0.577	-0.825
	[101]	0.667	-0.667	0.000	0.204	-0.577	0.825
(111)	1/2[112]	0.667	-0.667	0.000	0.000	0.000	0.825
II_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.306	-0.000	0.530
	[011]	0.000	0.000	-0.000	0.612	-0.000	1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.919	0.000	-0.530
	1/2[110]	0.167	0.333	-0.500	-0.306	0.000	0.295
(111)	[011]	1.000	0.000	-1.000	0.204	-0.577	0.354
	[101]	0.667	-0.667	0.000	0.816	-0.577	-0.236
	1/6[112]	0.278	-0.111	-0.167	0.170	-0.192	0.020
	1/2[110]	-0.333	0.333	0.000	0.102	-0.289	-0.412
	[011]	-0.667	0.667	-0.000	-0.204	0.577	-0.825
(111)	[101]	0.000	0.000	-0.000	-0.408	1.155	0.000
	1/2[112]	-0.333	0.333	-0.000	-0.306	0.866	-0.412
	1/2[110]	0.500	0.000	-0.500	-0.102	0.289	0.177
	[011]	0.333	0.667	-1.000	0.612	-0.000	0.589
	[101]	-0.667	0.667	0.000	0.816	-0.577	0.236
(111)	1/6[112]	-0.056	0.222	-0.167	0.238	-0.096	0.137
III_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.306	0.000	0.530
	[011]	0.000	0.000	0.000	1.225	0.000	0.000
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.612	-0.000	-1.061
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.919	-0.000	-0.530
	1/2[110]	0.333	-0.333	-0.000	0.102	-0.289	0.412
(111)	[011]	0.000	0.000	0.000	-0.408	1.155	0.000
	[101]	0.667	-0.667	0.000	-0.204	0.577	0.825
	1/2[112]	-0.333	0.333	-0.000	0.306	-0.866	-0.412
	1/2[110]	0.167	0.333	-0.500	0.306	-0.000	0.295
	[011]	0.667	-0.667	0.000	-0.816	0.577	-0.236
(111)	[101]	1.000	0.000	-1.000	-0.204	0.577	0.354
	1/6[112]	0.278	-0.111	-0.167	0.170	0.192	0.020
	1/2[110]	0.500	0.000	-0.500	0.102	-0.289	0.177
	[011]	-0.667	0.667	0.000	-0.816	0.577	0.236
	[101]	0.333	0.667	-1.000	-0.612	0.000	0.589
(111)	1/6[112]	-0.056	0.222	-0.167	0.238	0.096	0.137

表A-2 A_1 方位を有するPST結晶の引張変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	0.000
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	-1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	1.061
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.061
	1/2[110]	-0.333	0.333	0.000	0.408	-0.289	0.118
(111)	[011]	-1.000	0.000	1.000	0.204	-0.577	-0.354
	[101]	-0.333	-0.667	1.000	-0.612	-0.000	-0.589
	1/6[112]	-0.222	-0.111	0.333	-0.068	-0.096	-0.157
	1/2[110]	0.333	-0.333	0.000	0.408	-0.289	-0.118
	[011]	-0.333	-0.667	1.000	0.612	0.000	-0.589
(111)	[101]	-1.000	0.000	1.000	-0.204	0.577	-0.354
	1/6[112]	-0.222	-0.111	0.333	0.068	0.096	-0.157
	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.204	-0.577	0.000
	[011]	-0.667	0.667	0.000	0.204	-0.577	-0.825
	[101]	0.667	-0.667	0.000	0.204	-0.577	0.825
(111)	1/2[112]	0.667	-0.667	0.000	0.000	0.000	0.825
II_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.306	-0.000	0.530
	[011]	0.000	0.000	-0.000	0.612	-0.000	1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.919	0.000	-0.530
	1/2[110]	-0.167	-0.333	0.500	0.306	-0.000	-0.295
(111)	[011]	-1.000	0.000	1.000	-0.204	0.577	-0.354
	[101]	0.667	-0.667	0.000	0.816	-0.577	-0.236
	1/2[112]	-0.833	0.333	0.500	-0.510	0.577	-0.059
	1/2[110]	-0.333	0.333	0.000	0.102	-0.289	-0.412
	[011]	-0.667	0.667	-0.000	-0.204	0.577	-0.825
(111)	[101]	0.000	0.000	-0.000	-0.408	1.155	0.000
	1/2[112]	-0.333	0.333	-0.000	-0.306	0.866	-0.412
	1/2[110]	-0.500	0.000	0.500	0.102	-0.289	-0.177
	[011]	-0.333	-0.667	1.000	-0.612	0.000	-0.589
	[101]	-0.667	0.667	0.000	0.816	-0.577	0.236
(111)	1/2[112]	0.167	-0.667	0.500	-0.714	0.289	-0.412
III_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.306	0.000	0.530
	[011]	0.000	0.000	0.000	1.225	0.000	0.000
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.612	-0.000	-1.061
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.919	-0.000	-0.530
	1/2[110]	0.333	-0.333	-0.000	0.102	-0.289	0.412
(111)	[011]	0.000	0.000	0.000	-0.408	1.155	0.000
	[101]	0.667	-0.667	0.000	-0.204	0.577	0.825
	1/2[112]	-0.333	0.333	-0.000	0.306	-0.866	-0.412
	1/2[110]	-0.167	-0.333	0.500	-0.306	0.000	-0.295
	[011]	-0.667	0.667	-0.000	-0.816	0.577	-0.236
(111)	[101]	-1.000	0.000	1.000	0.204	-0.577	-0.354
	1/2[112]	-0.833	0.333	0.500	0.510	-0.577	-0.059
	1/2[110]	-0.500	0.000	0.500	-0.102	0.289	-0.177
	[011]	-0.667	0.667	0.000	-0.816	0.577	0.236
	[101]	-0.333	-0.667	1.000	0.612	-0.000	-0.589
(111)	1/2[112]	0.167	-0.667	0.500	-0.714	-0.289	-0.412

表A-3 A₂方位を有するPST結晶の圧縮変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-0.612
	[011]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	0.000
	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	0.118	0.289	-0.408
(111)	[011]	1.000	0.000	-1.000	-0.354	0.577	-0.204
	[101]	1.000	-0.667	-0.333	-0.589	0.000	0.612
	1/6[112]	0.333	-0.111	-0.222	-0.157	0.096	0.068
(111)	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	0.118	-0.289	0.408
	[011]	1.000	-0.667	-0.333	-0.589	0.000	-0.612
	[101]	1.000	0.000	-1.000	-0.354	0.577	0.204
	1/6[112]	0.333	-0.111	-0.222	-0.157	0.096	-0.068
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.577	-0.204
	[011]	0.000	0.667	-0.667	-0.825	0.577	-0.204
	[101]	0.000	0.667	-0.667	-0.825	-0.577	0.204
	1/6[112]	0.000	0.222	-0.222	-0.275	0.000	0.000
II _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	-0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.225
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.530	0.000	-0.919
(111)	1/2[110]	0.500	-0.333	-0.167	-0.295	0.000	-0.306
	[011]	1.000	0.000	-1.000	-0.354	-0.577	0.204
	[101]	0.000	0.667	-0.667	0.236	-0.577	0.816
(111)	1/2[112]	0.500	0.333	-0.833	-0.059	-0.577	0.510
	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	-0.412	0.289	-0.102
	[011]	0.000	0.667	-0.667	-0.825	-0.577	0.204
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.000	1.155	-0.408
(111)	1/2[112]	0.000	0.333	-0.333	-0.412	-0.866	0.306
	1/2[110]	0.500	0.000	-0.500	-0.177	0.289	-0.102
	[011]	1.000	-0.667	-0.333	-0.589	0.000	0.612
	[101]	0.000	0.667	-0.667	0.236	0.577	-0.816
(111)	1/6[112]	-0.167	0.222	-0.056	0.137	0.096	-0.238
III _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.225
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.530	0.000	0.919
(111)	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	-0.412	-0.289	0.102
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	1.155	-0.408
	[101]	0.000	0.667	-0.667	-0.825	0.577	-0.204
	1/2[112]	0.000	0.333	-0.333	-0.412	0.866	-0.306
(111)	1/2[110]	0.500	-0.333	-0.167	-0.295	0.000	0.306
	[011]	0.000	0.667	-0.667	0.236	0.577	-0.816
	[101]	1.000	0.000	-1.000	-0.354	0.577	-0.204
	1/2[112]	0.500	0.333	-0.833	-0.059	0.577	-0.510
(111)	1/2[110]	0.500	0.000	-0.500	-0.177	-0.289	0.102
	[011]	0.000	0.667	-0.667	0.236	0.577	-0.816
	[101]	1.000	-0.667	-0.333	-0.589	0.000	-0.612
	1/6[112]	-0.167	0.222	-0.056	0.137	-0.096	-0.238
I _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.612
	[011]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	0.000
	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	-0.118	-0.289	-0.408
(111)	[011]	1.000	0.000	-1.000	0.354	-0.577	-0.204
	[101]	1.000	-0.667	-0.333	0.589	0.000	0.612
	1/6[112]	0.333	-0.111	-0.222	0.157	-0.096	0.068
(111)	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	-0.118	0.289	0.408
	[011]	1.000	-0.667	-0.333	0.589	0.000	-0.612
	[101]	1.000	0.000	-1.000	0.354	0.577	0.204
	1/6[112]	0.333	-0.111	-0.222	0.157	0.096	-0.068
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.577	0.204
	[011]	0.000	0.667	-0.667	0.825	-0.577	-0.204
	[101]	0.000	0.667	-0.667	0.825	0.577	0.204
	1/6[112]	0.000	0.222	-0.222	0.275	0.000	0.000
II _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	-0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.225
	[101]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.919
(111)	1/2[110]	0.000	0.333	-0.333	0.412	0.289	0.102
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	1.155	0.408
	[101]	0.000	0.667	-0.667	0.825	-0.577	-0.204
(111)	1/2[112]	0.000	0.333	-0.333	0.412	-0.866	-0.306
	1/2[110]	0.500	-0.333	-0.167	0.295	0.000	0.306
	[011]	0.000	0.667	-0.667	-0.236	-0.577	-0.816
	[101]	1.000	0.000	-1.000	0.354	-0.577	-0.204
(111)	1/2[112]	0.500	0.333	-0.833	0.059	-0.577	-0.510
	1/2[110]	0.500	0.000	-0.500	0.177	0.289	0.102
	[011]	0.000	0.667	-0.667	-0.236	0.577	0.816
	[101]	1.000	-0.667	-0.333	0.589	0.000	-0.612
(111)	1/6[112]	-0.167	0.222	-0.056	-0.137	0.096	0.238
III _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.225
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	-0.919
(111)	1/2[110]	0.500	-0.333	-0.167	0.295	0.000	-0.306
	[011]	1.000	0.000	-1.000	0.354	0.577	0.204
	[101]	0.000	0.667	-0.667	-0.236	0.577	0.816
	1/2[112]	0.500	0.333	-0.833	0.059	0.577	0.510
(111)	1/2[110]	0.500	0.333	-0.333	0.412	-0.289	-0.102
	[011]	0.000	0.667	-0.667	0.825	0.577	0.204
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.000	1.155	0.408
	1/2[112]	0.000	0.333	-0.333	0.412	0.866	0.306
(111)	1/2[110]	0.500	0.000	-0.500	0.177	-0.289	-0.102
	[011]	0.000	0.667	-0.667	0.236	0.577	-0.816
	[101]	1.000	-0.667	-0.333	0.589	0.000	0.612
	1/6[112]	-0.167	0.222	-0.056	-0.137	-0.096	-0.238

表A-4 A₂方位を有するPST結晶の引張変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-0.612
	[011]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	0.000
(111)	1/2[110]	0.000	-0.333	0.333	-0.118	-0.289	0.408
	[011]	-1.000	0.000	1.000	0.354	-0.577	0.204
	[101]	-1.000	0.667	0.333	0.589	-0.000	-0.612
	1/2[112]	-1.000	0.333	0.667	0.471	-0.289	-0.204
(111)	1/2[110]	0.000	-0.333	0.333	-0.118	0.289	-0.408
	[011]	-1.000	0.667	0.333	0.589	0.000	0.612
	[101]	-1.000	0.000	1.000	0.354	0.577	-0.204
	1/2[112]	-1.000	0.333	0.667	0.471	0.289	0.204
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	-0.577	0.204
	[011]	0.000	-0.667	0.667	0.825	-0.577	0.204
	[101]	0.000	-0.667	0.667	0.825	0.577	-0.204
	1/2[112]	0.000	-0.667	0.667	0.825	0.000	0.000
II_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	-0.000	0.000	0.000	-0.530	-0.000	-0.306
	[011]	-0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	[101]	-0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.225
	1/2[112]	-0.000	0.000	0.000	0.530	0.000	-0.919
(111)	1/2[110]	-0.500	0.333	0.167	0.295	0.000	0.306
	[011]	-1.000	0.000	1.000	0.354	0.577	-0.204
	[101]	0.000	-0.667	0.667	-0.236	0.577	-0.816
	1/6[112]	-0.167	-0.111	0.278	0.020	0.192	-0.170
(111)	1/2[110]	-0.000	-0.333	0.333	0.412	-0.289	0.102
	[011]	0.000	-0.667	0.667	0.825	0.577	-0.204
	[101]	-0.000	0.000	0.000	0.000	-1.155	0.408
	1/6[112]	0.000	-0.111	0.111	0.137	0.289	-0.102
(111)	1/2[110]	-0.500	0.000	0.500	0.177	-0.289	0.102
	[011]	-1.000	0.667	0.333	0.589	-0.000	-0.612
	[101]	0.000	-0.667	0.667	-0.236	-0.577	0.816
	1/2[112]	0.500	-0.667	0.167	-0.412	-0.289	0.714
III_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.530	-0.000	-0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.225
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	-0.000	0.000	0.000	0.530	-0.000	0.919
(111)	1/2[110]	-0.000	-0.333	0.333	0.412	0.289	-0.102
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.155	0.408
	[101]	0.000	-0.667	0.667	0.825	-0.577	0.204
	1/6[112]	0.000	-0.111	0.111	0.137	-0.289	0.102
(111)	1/2[110]	-0.500	0.333	0.167	0.295	-0.000	-0.306
	[011]	0.000	-0.667	0.667	-0.236	-0.577	0.816
	[101]	-1.000	0.000	1.000	0.354	-0.577	0.204
	1/6[112]	-0.167	-0.111	0.278	0.020	-0.192	0.170
(111)	1/2[110]	-0.500	0.000	0.500	0.177	0.289	-0.102
	[011]	0.000	-0.667	0.667	-0.236	0.577	-0.816
	[101]	-1.000	0.667	0.333	0.589	0.000	0.612
	1/2[112]	0.500	-0.667	0.167	-0.412	0.289	-0.714
I_T		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-0.612
	[011]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	1.061	0.000	0.000
(111)	1/2[110]	0.000	-0.333	0.333	0.118	0.289	0.408
	[011]	-1.000	0.000	1.000	-0.354	0.577	0.204
	[101]	-1.000	0.667	0.333	-0.589	0.000	-0.612
	1/2[112]	-1.000	0.333	0.667	-0.471	0.289	-0.204
(111)	1/2[110]	0.000	-0.333	0.333	0.118	-0.289	-0.408
	[011]	-1.000	0.667	0.333	-0.589	-0.000	0.612
	[101]	-1.000	0.000	1.000	-0.354	-0.577	-0.204
	1/2[112]	-1.000	0.333	0.667	-0.471	-0.289	0.204
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.577	0.204
	[011]	0.000	-0.667	0.667	-0.825	0.577	0.204
	[101]	0.000	-0.667	0.667	-0.825	-0.577	-0.204
	1/2[112]	0.000	-0.667	0.667	-0.825	0.000	0.000
II_T		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	-0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.225
	[101]	0.000	0.000	0.000	1.061	-0.000	-0.612
	1/2[112]	-0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.919
(111)	1/2[110]	-0.000	-0.333	0.333	-0.412	-0.289	-0.102
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	1.155	0.408
	[101]	0.000	-0.667	0.667	-0.825	0.577	0.204
	1/6[112]	0.000	-0.111	0.111	-0.137	0.289	0.102
(111)	1/2[110]	-0.500	0.333	0.167	-0.295	0.000	-0.306
	[011]	0.000	-0.667	0.667	0.236	0.577	0.816
	[101]	-1.000	0.000	1.000	-0.354	0.577	0.204
	1/6[112]	-0.167	-0.111	0.278	-0.020	0.192	0.170
(111)	1/2[110]	-0.500	0.000	0.500	-0.177	-0.289	-0.102
	[011]	0.000	-0.667	0.667	0.236	-0.577	-0.816
	[101]	-1.000	0.667	0.333	-0.589	-0.000	0.612
	1/2[112]	0.500	-0.667	0.167	0.412	-0.289	-0.714
III_T		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	1/2[110]	-0.000	0.000	0.000	0.530	0.000	-0.306
	[011]	-0.000	0.000	0.000	-1.061	-0.000	-0.612
	[101]	-0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.225
	1/2[112]	-0.000	0.000	0.000	-0.530	-0.000	-0.919
(111)	1/2[110]	-0.500	0.333	0.167	-0.295	-0.000	0.306
	[011]	-1.000	0.000	1.000	-0.354	-0.577	-0.204
	[101]	0.000	-0.667	0.667	0.236	-0.577	-0.816
	1/6[112]	-0.167	-0.111	0.278	-0.020	-0.192	-0.170
(111)	1/2[110]	-0.000	-0.333	0.333	-0.412	0.289	0.102
	[011]	0.000	-0.667	0.667	-0.825	-0.577	-0.204
	[101]	-0.000	0.000	0.000	0.000	1.155	0.408
	1/6[112]	0.000	-0.111	0.111	-0.137	-0.289	-0.102
(111)	1/2[110]	-0.500	0.000	0.500	-0.177	0.289	0.102
	[011]	-1.000	0.667	0.333	-0.589	0.000	-0.612
	[101]	0.000	-0.667	0.667	0.236	0.577	0.816
	1/2[112]	0.500	-0.667	0.167	0.412	0.289	0.714

表A-5 B₁方位を有するPST結晶の圧縮変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	0.000
	[011]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	-1.061
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.061
II _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.306	-0.000	0.530
	[011]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	-1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.919	0.000	-0.530
III _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	-0.000	-0.306	-0.000	-0.530
	[011]	0.000	0.000	-0.000	-1.225	0.000	0.000
	[101]	0.000	0.000	-0.000	-0.612	0.000	1.061
	1/6[112]	0.000	0.000	-0.000	-0.306	0.000	0.177

I _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	0.000
	[011]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	-1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	-0.612	0.000	1.061
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.061
II _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	-0.000	-0.306	0.000	0.530
	[011]	0.000	0.000	-0.000	-1.225	0.000	0.000
	[101]	0.000	0.000	-0.000	-0.612	-0.000	-1.061
	1/6[112]	0.000	0.000	-0.000	-0.306	-0.000	-0.177
III _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.306	0.000	-0.530
	[011]	0.000	0.000	0.000	-0.612	-0.000	1.061
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.919	-0.000	0.530

表A-6 B₂方位を有するPST結晶の圧縮変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.612
	[011]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	0.612
	1/6[112]	0.000	0.000	0.000	-0.354	0.000	0.000
II _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	1.225
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.919
III _M		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	0.306
	[011]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.225
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	-0.919

I _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-0.612
	[011]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	-0.612
	1/2[112]	0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	0.000
II _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	0.000	-0.306
	[011]	-0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.225
	[101]	-0.000	0.000	0.000	-1.061	0.000	0.612
	1/6[112]	-0.000	0.000	0.000	-0.177	0.000	0.306
III _T		e _{xx}	e _{yy}	e _{zz}	e _{yz}	e _{zx}	e _{xy}
(111)	1/2[110]	0.000	0.000	0.000	-0.530	-0.000	0.306
	[011]	-0.000	0.000	0.000	-1.061	-0.000	-0.612
	[101]	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.225
	1/6[112]	-0.000	0.000	0.000	-0.177	-0.000	-0.306

表A-7 N方位を有するPST結晶の圧縮変形時にTiAl相中で活動可能な変形モードとその活動により生じる歪成分。網掛けの部分はシュミット因子がゼロの変形モードであることをあらわしている。

I_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	0.000
	$[01T]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	-1.061
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	1.061
	$1/2[TT2]$	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	1.061
(T11)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	-0.408	0.289	-0.118
	$[0T1]$	1.000	0.000	-1.000	-0.204	0.577	0.354
	$[T0T]$	-0.333	-0.667	1.000	-0.612	0.000	-0.589
	$1/6[T12]$	-0.222	-0.111	0.333	-0.068	-0.096	-0.157
(1T1)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	0.408	-0.289	-0.118
	$[0T1]$	-0.333	-0.667	1.000	0.612	0.000	-0.589
	$[T01]$	1.000	0.000	-1.000	0.204	-0.577	0.354
	$1/6[1T2]$	-0.222	-0.111	0.333	0.068	0.096	-0.157
(11T)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	0.204	-0.577	0.000
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	-0.204	0.577	0.825
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	0.204	-0.577	0.825
	$1/2[TT2]$	0.667	-0.667	0.000	0.000	0.000	0.825
II_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	-0.306	0.000	0.530
	$[01T]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	1.061
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	$1/2[TT2]$	0.000	0.000	0.000	-0.919	0.000	-0.530
(T11)	$1/2[TT0]$	-0.167	-0.333	0.500	0.306	0.000	-0.295
	$[0T1]$	-1.000	0.000	1.000	-0.204	0.577	-0.354
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	0.816	-0.577	-0.236
	$1/6[T12]$	0.278	-0.111	-0.167	0.170	-0.192	0.020
(1T1)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	-0.102	0.289	0.412
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	0.204	-0.577	0.825
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	-0.408	1.155	0.000
	$1/6[1T2]$	0.111	-0.111	0.000	0.102	-0.289	0.137
(11T)	$1/2[T10]$	0.500	0.000	-0.500	-0.102	0.289	0.177
	$[0T1]$	-0.333	-0.667	1.000	-0.612	0.000	-0.589
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	-0.816	0.577	-0.236
	$1/2[TT2]$	0.167	-0.667	0.500	-0.714	0.289	-0.412
III_M		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	-0.306	0.000	-0.530
	$[01T]$	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	-1.061
	$1/2[TT2]$	0.000	0.000	0.000	0.919	0.000	-0.530
(T11)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	0.102	-0.289	0.412
	$[0T1]$	0.000	0.000	0.000	0.408	-1.155	0.000
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	-0.204	0.577	0.825
	$1/6[T12]$	0.111	-0.111	0.000	-0.102	0.289	0.137
(1T1)	$1/2[TT0]$	-0.167	-0.333	0.500	-0.306	0.000	-0.295
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	-0.816	0.577	-0.236
	$[T01]$	-1.000	0.000	1.000	0.204	-0.577	-0.354
	$1/6[1T2]$	0.278	-0.111	-0.167	-0.170	0.192	0.020
(11T)	$1/2[T10]$	-0.500	0.000	0.500	-0.102	0.289	-0.177
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	0.816	-0.577	-0.236
	$[T0T]$	-0.333	-0.667	1.000	0.612	0.000	-0.589
	$1/2[TT2]$	0.167	-0.667	0.500	0.714	-0.289	-0.412

I_T		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	0.000
	$[01T]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	1.061
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	-1.061
	$1/2[TT2]$	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-1.061
(T11)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	-0.408	-0.289	0.118
	$[0T1]$	1.000	0.000	-1.000	-0.204	-0.577	-0.354
	$[T0T]$	-0.333	-0.667	1.000	-0.612	0.000	0.589
	$1/6[T12]$	-0.222	-0.111	0.333	-0.068	0.096	0.157
(1T1)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	0.408	0.289	0.118
	$[0T1]$	-0.333	-0.667	1.000	0.612	0.000	0.589
	$[T01]$	1.000	0.000	-1.000	0.204	0.577	-0.354
	$1/6[1T2]$	-0.222	-0.111	0.333	0.068	-0.096	0.157
(11T)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	0.204	0.577	0.000
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	-0.204	-0.577	-0.825
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	0.204	0.577	-0.825
	$1/2[TT2]$	0.667	-0.667	0.000	0.000	0.000	-0.825
II_T		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	-0.306	0.000	0.530
	$[01T]$	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	1.061
	$1/2[TT2]$	0.000	0.000	0.000	0.919	0.000	0.530
(T11)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	0.102	0.289	-0.412
	$[0T1]$	0.000	0.000	0.000	0.408	1.155	0.000
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	-0.204	-0.577	-0.825
	$1/6[T12]$	0.111	-0.111	0.000	-0.102	-0.289	-0.137
(1T1)	$1/2[TT0]$	-0.167	-0.333	0.500	-0.306	0.000	0.295
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	-0.816	-0.577	0.236
	$[T01]$	-1.000	0.000	1.000	0.204	0.577	0.354
	$1/6[1T2]$	0.278	-0.111	-0.167	-0.170	-0.192	-0.020
(11T)	$1/2[T10]$	-0.500	0.000	0.500	-0.102	-0.289	0.177
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	0.816	0.577	0.236
	$[T0T]$	-0.333	-0.667	1.000	0.612	0.000	0.589
	$1/2[TT2]$	0.167	-0.667	0.500	0.714	0.289	0.412
III_T		e_{xx}	e_{yy}	e_{zz}	e_{yz}	e_{zx}	e_{xy}
(111)	$1/2[T10]$	0.000	0.000	0.000	-0.306	0.000	-0.530
	$[01T]$	0.000	0.000	0.000	0.612	0.000	-1.061
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	-1.225	0.000	0.000
	$1/2[TT2]$	0.000	0.000	0.000	-0.919	0.000	0.530
(T11)	$1/2[TT0]$	-0.167	-0.333	0.500	0.306	0.000	0.295
	$[0T1]$	-1.000	0.000	1.000	-0.204	-0.577	0.354
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	0.816	0.577	0.236
	$1/6[T12]$	0.278	-0.111	-0.167	0.170	0.192	-0.020
(1T1)	$1/2[TT0]$	0.333	-0.333	0.000	-0.102	-0.289	-0.412
	$[0T1]$	0.667	-0.667	0.000	0.204	0.577	-0.825
	$[T01]$	0.000	0.000	0.000	-0.408	-1.155	0.000
	$1/6[1T2]$	0.111	-0.111	0.000	0.102	0.289	-0.137
(11T)	$1/2[T10]$	0.500	0.000	-0.500	-0.102	-0.289	-0.177
	$[0T1]$	-0.333	-0.667	1.000	-0.612	0.000	0.589
	$[T0T]$	0.667	-0.667	0.000	-0.816	-0.577	0.236
	$1/2[TT2]$	0.167	-0.667	0.500	-0.714	-0.289	0.412

謝辞

本研究を遂行するにあたって、終始的確に御指導、御鞭撻を賜った山口正治教授に心から感謝いたします。また、本論文を取りまとめるに際しまして、貴重な御助言を賜りました京都大学教授 志賀正幸先生、同教授 小野勝敏先生に深く感謝いたします。

本研究を直接御指導くださり、有益な御討論、御教示を賜った乾晴行助教授に感謝いたします。さらに多くの有益な御助言、御助力を賜った京都大学助手 Dr. David R. Johnson, 大阪大学教授 白井泰治先生、京都大学助手 西谷滋人先生に、また実験に御協力くださいました大学院生梅田秀俊氏、今村大氏に感謝いたします。

この他、森脇雅也氏、増田喜裕氏をはじめとする現山口研究室の院生、学生の皆様、伊藤和博博士、横島重信博士をはじめとする山口研究室の OB の皆様にいろいろとお世話になり、討論に応じていただきました。心から感謝いたします。

本研究の遂行にあたって日本学術振興会特別研究員制度の御支援を賜りました。ここに深く感謝の意を表します。

最後に私のわがまを聞き入れてくださり、物心両面から支えてくださいました両親に心から感謝いたします。